

VŠB – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra mechanické technologie

Vliv tepelného zpracování na zjemňování zrna hořčíkové slitiny
AZ 31 procesem ECAP.

Effect of Heat Treatment on Grain Refinement of Magnesium
Alloy AZ 31 by ECAP Process.

Student:

Bc. Petr Bobek

Vedoucí diplomové práce:

prof. Ing. Stanislav Ruzs, CSc.

Ostrava 2013

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Petr Bobek**

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství

Studijní obor: 2303T002 Strojírenská technologie

Specializace: 20 Strojírenská technologie

Téma: **Vliv tepelného zpracování na zjemňování zrna hořčíkové slitiny AZ 31 procesem ECAP**
Effect of Heat Treatment on Grain Refinement of Magnesium Alloy AZ 31 by ECAP Process

Zásady pro vypracování:

- 1) Proveďte rešerši současného stavu zjemňování zrna u kovových materiálů se zaměřením na Mg slitiny.
- 2) Experimentálně ověřte protlačování slitiny AZ 31 nástrojem ECAP s vloženou šroubovicí v horizontálním kanále.
- 3) Ověřte vliv počtu průchodů tvářecím nástrojem na dosažené zpevnění slitiny AZ 31a tvrdost v podélném a příčném směru.
- 4) Proveďte protlačovací experimenty při různých režimech tepelného zpracování. Ověřte vliv výchozí struktury na dosažené zjemnění zrna u vybraných průchodů nástrojem ECAP.
- 5) Proveďte metalografický rozbor u analyzovaných průchodů.
- 6) Proveďte celkové vyhodnocení dosažených výsledků.

Seznam doporučené odborné literatury:

- 1) BEHRENS, B., A. and SCHMIDT, I. Improving the properties of forged magnesium parts by optimized process parameters, *Journal of Materials Processing Technology*, vol.187–188, 2007, p. 761–765.
- 2) CHANDRASEKARAN, M. and JOHN, Y. Effect of materials and temperature on the forward extrusion of magnesium alloys, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 381, iss. 1–2, 2004, p. 308–319.
- 3) CHENG, XU, KENONG, XIA and LANGDON, T., G. Processing of a magnesium alloy by equal-channel angular pressing using a back-pressure, *Materials Science and Engineering A*, 527 (2009), p. 205–211.
- 4) ESTRIN, Y. and VINOGRADOV, A. Fatigue behaviour of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview, *International Journal of Fatigue*, 32 (2010), p. 898–907.
- 5) KANG, S. H., LEE, Y. S. and LEE, J. H. Effect of grain refinement of magnesium alloy AZ31 by severe plastic deformation on material characteristics, *Journal of Materials Processing Technology*, 201 (2008), p. 436–440.
- 6) MACKENZIE, L., W., F. and PEKGULERYUZ, M. The influences of alloying additions and processing parameters on the rolling microstructures and textures of magnesium alloys, *Materials Science and Engineering A*, 480 (2008), p. 189–197.

- 7) MORISHIGE, T., HIRATA, T., UESUGI, T., TAKIGAWA, Y., TSUJIKAWA, M. and HIGASHIA, K. Effect of Mg content on the minimum grain size of Al–Mg alloys obtained by friction stir processing, *Scripta Materialia*, 64 (2011), p. 355–358.
- 8) NING, J., L. and JIANG., D., M. Influence of Zr addition on the microstructure evolution and thermal stability of Al–Mg–Mn alloy processed by ECAP at elevated temperature, *Materials Science and Engineering A*, 452–453 (2007), p. 552–557.
- 9) SADEGHI, A., HOSEINI, M. and PEKGULERYUZ, M. Effect of Sr addition on texture evolution of Mg–3Al–1Zn (AZ31) alloy during extrusion, *Materials Science and Engineering: A*, 528 (2011), p. 3096–3104.

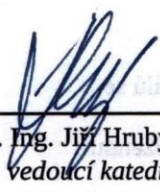
Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

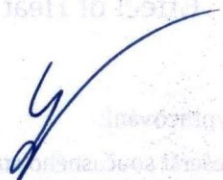
Vedoucí diplomové práce: **prof. Ing. Stanislav Ruzs, CSc.**

Datum zadání: 14.12.2012

Datum odevzdání: 20.05.2013




prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.
vedoucí katedry


doc. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.
děkan fakulty

Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.


V Ostravě 17.5.2013

.....
podpis studenta

Prohlašuji, že

- jsem byl seznámen s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 – školní dílo.
- беру на вѣдомі, же Высoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen „VŠB-TUO“) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§ 35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB-TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- беру на вѣдомі, же оdevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě : 17.5.2013



Podpis

Jméno a příjmení autora práce:

Bc. Petr Bobek

Adresa trvalého pobytu autora práce:

Střítež 231, 739 59 STŘÍTEŽ

ANOTACE DIPLOMOVÉ PRÁCE

BOBEK, P. *Vliv tepelného zpracování na zjemňování zrna hořčíkové slitiny AZ 31 procesem ECAP: Diplomová práce*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2013, 66 s. Vedoucí práce: Ruzs, S.

Diplomová práce se zabývá současnou metodikou zjemňování struktury kovových materiálů se zaměřením na proces ECAP. V úvodu naleznete přehled současných metod, které se podílí na procesu zjemňování struktury materiálů. V experimentální části byla hořčíková slitina AZ 31 experimentálně podrobena procesu zjemnění zrna procesem ECAP. Byly stanoveny křivky přetvárných odporů, porovnány tvrdosti a analyzovány dosažené struktury. V další části byly vzorky tepelně zpracovány T4, následně protlačeny nástrojem ECAP a také byly stanoveny křivky přetvárných odporů. Následně byly porovnány tvrdosti T4 – ochlazení ve vodě nebo na vzduchu a dosažené struktury po jednotlivých průchodech. Výsledky jsou podrobně popsány v závěru.

ANNOTATION OF MASTER THESIS

BOBEK, P. *Effect of Heat Treatment on Grain Refinement of Magnesium Alloy AZ 31 by ECAP Process: Master Thesis*. Ostrava: VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Mechanical Technology, 2013, 66 p. Thesis head: Ruzs, S.

The master thesis deals with the current refining the structure of metallic materials methodology with the focus on the process of ECAP. The introduction offers an overview of current methods, which are involved in the process of refining the structure of materials. In the experimental section there magnesium alloys AZ 31 have been experimentally subjected to grain refinement process of ECAP. The samples taken after the grain refinement process has been made exposition resulting structure. In the next section, the samples were heat treated T4, then pushed through ECAP tool and also the determination of the resistance to deformation. Subsequently compared hardness T4 - cooled water or air, and the structure achieved after various passed. The results are described in the conclusion.

Obsah

<i>Seznam použitých zkratek</i>	8
<i>Seznam použitých zkratek</i>	9
<i>Seznam použitého označení</i>	10
ÚVOD	11
1. SOUČASNÝ STAV VÝVOJE TECHNOLOGIÍ ZJEMŇOVÁNÍ STRUKTURY U KOVOVÝCH MATERIÁLŮ SE ZAMĚŘENÍM NA HOŘČÍKOVÉ SLITINY	12
1.1. ECAP (EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING) – PROTlačOVÁNÍ ROVNOSTRANNÝM PRAVOÚHLÝM KANÁLEM	13
1.2. HPT (HIGH PRESSURE TORSION) – KRUT SPOJENÝ S VYSOKÝM TLAKEM	15
1.3. MAF (MULTI-AXIAL FORGING) – VÍCEOSÉ KOVÁNÍ.....	17
1.4. CEC (CYCLIC EXTRUSION COMPRESSION) – PROTlačOVÁNÍ S POMOCÍ PROTITLAKU	20
1.5. ARB (ACCUMULATIVE ROLL BONDING) – VÍCENÁSOBNÉ DĚLENÍ A VÁLCOVÁNÍ.....	22
1.6. FSP (FRICTION STIR PROCESS) – ZJEMŇOVÁNÍ POMOCÍ TŘENÍ	24
1.7. ABE (ACCUMULATIVE BACK EXTRUSION) – ZPĚTNÉ PROTlačOVÁNÍ.....	25
1.8. TE (TWIST EXTRUSION) – PROTlačOVÁNÍ SE ZABUDOVANOU ŠROUBOVICÍ.....	28
1.9. ECAR (EQUAL CHANNEL ANGULAR ROLLING) – VÁLCOVÁNÍ ROVNOSTRANNÝM PRAVOÚHLÝM KANÁLEM	29
2. PROTlačENÍ SLITINY AZ31 NÁSTROJEM ECAP S VLOŽENOU ŠROUBOVICÍ V HORIZONTÁLNÍM KANÁLE	32
2.1. POPIS PRACOVISTĚ.	32
2.2. NÁSTROJ ECAP SE ZABUDOVANOU ŠROUBOVICÍ 10°	35
2.3. POUŽITÉ MAZIVO.....	37
2.4. MATERIÁL POUŽITÝ PRO VÝROBU VZORKŮ	38
2.5. EXPERIMENTÁLNÍ PROTlačENÍ NÁSTROJEM ECAP S VLOŽENOU ŠROUBOVICÍ.....	40

2.6. KŘIVKY PŘETVÁRNÝCH ODPORŮ	40
2.7. ANALÝZA VLIVU POČTU PRŮCHODU NA TVRDOST	42
3. PROTlačOVÁNÍ Nástrojem ECAP PŘI Různých režimech tepelného ZPRACOVÁNÍ	46
3.1. PROTlačENÍ Nástrojem ECAP PO TEPELNÉM ZPRACOVÁNÍ T4 – VODA	47
3.2. PROTlačENÍ Nástrojem ECAP PO TEPELNÉM ZPRACOVÁNÍ T4 – VZDUCH	49
3.3. POROVNÁNÍ NAMĚŘENÝCH HODNOT TVRDOSTÍ A MAXIM PŘETVÁRNÝCH ODPORŮ	51
4. METALOGRAFICKÉ VYHODNOCENÍ VZORKŮ	52
5. CELKOVÉ VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ	54
ZÁVĚR	56
<i>Seznam použité literatury</i>	<i>58</i>
<i>Seznam použité literatury</i>	<i>59</i>
<i>Seznam použité literatury</i>	<i>60</i>
<i>Seznam příloh</i>	<i>61</i>
<i>Přílohy</i>	<i>62</i>

Seznam použitých zkratk

UFG	velmi jemnozrnné materiály (Ultra Fine Grain)
SPD	vícenásobná plastická deformace (Severe Plastic Deformation)
HCP	šesterečná mřížka (Hexagonal Close Packed)
ECAP	proces protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem (Equal Channel Angular Pressing)
HPT	proces zpevňování krutem za vysokého tlaku (High Pressure Torsion)
MAF	proces víceosého kování (Multi-Axial Forging)
CEC	proces protlačování s pomocí protitlaku (Cyclic Extrusion Compression)
ARB	proces vícenásobného dělení a válcování (Accumulative Roll Bonding)
CGP	proces formování a následné rovnání plechu (Constrained Groove Pressing)
FSP	proces zjemňování pomocí tření (Friction Stir Process)
ABE	proces využívající zpětné protlačování (Accumulative Back Extrusion)
TE	protlačování se zabudovanou šroubovicí (Twist Extrusion)
HV	zkouška tvrdosti podle Vickerse
TEM	transmisní elektronový mikroskop (Transmission Electron Microscope)
LM	optický mikroskop (Light Microscopy)
SEM	rastrovací elektronový mikroskop (Scanning Electron Microscope)
EBSD	elektronová difrakce zpětně odražených elektronů (Electron Back Scatter Diffraction)

Seznam použitých zkratk

HNO_3	chemický vzorec kyseliny dusičné
$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	chemický vzorec etanolu
HClO_4	chemický vzorec kyseliny chloristé
$\text{C}_3\text{H}_5(\text{OH})_3$	chemický vzorec glycerolu
CH_3OH	chemický vzorec metanolu
SiC	chemický vzorec karbidu křemíku
FSW	svařování třením (Friction Stir Welding)
T4	tepelné zpracování dle ASTM (rozpuštěcí žíhání)

Seznam použitého označení

Značka	Název veličiny	Jednotka
T_m	teplota tání	[°C]
N	počet otáček	[-]
ω	úhlová rychlost	[rad/min]
σ	normálové napětí	[MPa]
ε	poměrné prodloužení	[-]
r_1	vnitřní rádius nástroje ECAP	[mm]
r_2	vnější rádius nástroje ECAP	[mm]
Φ	úhel napojení vertikálního a horizontálního kanálu ECAP	[°]
γ	úhel stoupání šroubovice horizontálního kanálu ECAP	[°]
σ_p	přetvárný odpor	[MPa]
σ_{pmax}	maximální přetvárný odpor	[MPa]
R_m	mez pevnosti v tahu	[MPa]
A	tažnost	[%]
Δh	dráha průtlačníku při protlačování nástrojem ECAP	[mm]

Úvod

Velký význam pro průmyslovou praxi mají kovové materiály, vyznačující se ultra-jemnozrnnou strukturou s vysokými mechanickými vlastnostmi a poměrně dobrou tvářitelností. Jedná se především o konstrukční prvky ve stavebnictví, strojní součásti uplatňované zejména v automobilovém a leteckém průmyslu, a také i v energetice, kde jsou kladeny vysoké nároky na bezpečnost a hmotnost.

V dnešní době se zabývá mnoho institucí včetně univerzit zkoumáním těchto nových materiálů, za účelem snížení hmotnosti a zlepšení vlastností materiálů. Jedná se hlavně o slitiny neželezných kovů (hliník, měď, titan, hořčík aj.). Výzkum se specializuje na výrobu UFG (Ultra Fine Grain Size) materiálů. Jinými slovy se jedná o materiály, které se vyznačují velmi jemným zrnem, o velikosti cca 500 – 1 000 nm.

Tato diplomová práce je zaměřena na výrobu UFG materiálů pomocí vícenásobné plastické deformace SPD (Severe Plastic Deformation). Nejznámější a nejvíce rozvinutou metodou je metoda ECAP (Equal Channel Angular Pressing). Její princip je založen na dosažení vysoké plastické deformace ve tvářeném materiálu. Polotovár je protlačován rovnostranným pravoúhlým kanálem pomocí lisovníku. Horizontální i vertikální kanál je konstantního průřezu, úhel napojení kanálů je v rozmezí (90 – 130) °. U procesu ECAP dochází stále k vývoji, konkrétně k úpravě kanálů, jimiž je vzorek protlačován. Jednou z úprav je vložená šroubovice v horizontálním kanále. Konstrukčními úpravami zvyšujeme efektivitu procesu SPD (snížení počtu průchodů nástrojem ECAP pro dosažení požadovaného stupně přetvoření materiálu a tímto i potřebného rozdrobení zrna.

První část diplomové práce věnuji současnému trendu vývoje zjemňování zrna kovových materiálů se zaměřením na hořčíkové slitiny. Cílem diplomové práce je ověřit jaký vliv má metoda ECAP s vloženou šroubovicí na zjemnění zrna u slitiny AZ 31. Základem ověřování je stanovit vliv počtu průchodů kanálem na mechanické vlastnosti slitiny AZ 31 (pevnost a tvrdost v podélném a příčném řezu). Dalším úkolem je protlačení slitiny AZ 31 po různých režimech tepelného zpracování. Následně ověřit vlivu výchozí struktury na protlačovací proces u vybraných průchodů nástrojem ECAP. V závěru práce provedu metalografický rozbor analyzovaných vzorků a celkové vyhodnocení dosažených výsledků.

1. Současný stav vývoje technologií zjemňování struktury u kovových materiálů se zaměřením na hořčíkové slitiny.

Za velmi jemnozrné materiály považujeme ty, které mají velikost zrna od 100 nm – 1000 nm, a také materiály s velikostí zrna do 100 nm, označované jako nanomateriály. Dlouholetý výzkum technologií pro výrobu UFG materiálů, využívající vícenásobnou plastickou deformaci (SPD) se datuje k počátkům 90-tých let 20. století.

Polotovary a hotové výrobky z hořčíku se dnes vyrábí odléváním. Čistý hořčík nemá perspektivní vlastnosti pro použití, protože se vyznačuje nedostatečnými mechanickými vlastnostmi, zejména pevností a z tohoto důvodu se k čistému hořčíku přidávají příměsi hliníku, zinku a titanu, jedná se pak o hořčíkové slitiny.

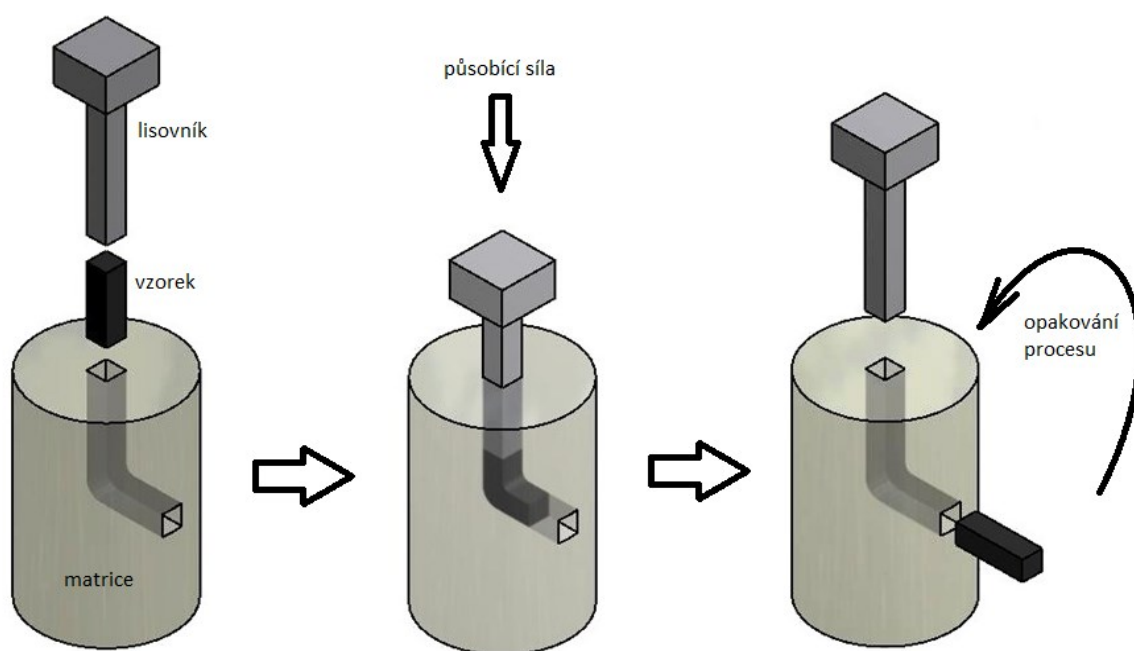
Hořčíkové slitiny se stále více používají v elektronice, automobilovém a leteckém průmyslu, protože jejich předností je nízká hmotnost, vysoká měrná pevnost a vynikající obrobitelnost. Atomy hořčíku krystalizují v šesterečné mřížce (HCP), což se vyznačuje negativní vlastností – výskytem křehkého lomu a špatnou tvárností za pokojové teploty (20 °C). Tyto negativní vlastnosti se zlepši použitím SPD technologií pro výrobu UFG materiálů [1].

Velikost zrna je považována za hlavní strukturální faktor, který ovlivňuje mechanické vlastnosti kovů a jeho slitin. Tento faktor je klíčový při návrhu materiálů s požadovanou odolností proti únavě [2]. To platí zejména pro návrh komponentů pro letecký, automobilový a kosmický průmysl, kde je kladen obrovský důraz na bezpečnost a drobná chyba může způsobit katastrofu s fatálními následky.

Mezi nejúčinnější metody využívající proces SPD pro tvorbu velmi jemnozrných materiálů patří prioritně metoda ECAP, která je založena na principu protlačování vzorku rovnostranným pravoúhlým kanálem. Dalším významnou metodou je metoda HPT, která je založen na krutu spojeného s vysokým tlakem. Nevýhodou je velká heterogenita struktury. Mezi další současné metody využívající proces SPD patří: MAF (víceosé kování vzorku), CEC (protlačování s pomocí protitlaku), ARB (vícenásobné dělení a válcování), FSP (zjemňování pomocí tření), ABE (technologie založená na zpětném (protlačování), TE (protlačování se zabudovanou šroubovicí) a ECAR (válcování rovnostranným pravoúhlým kanálem).

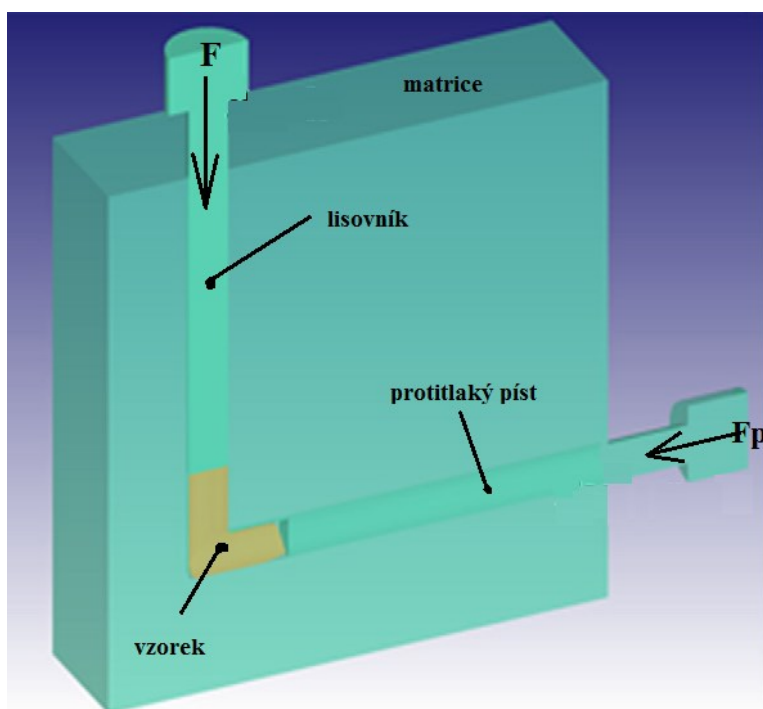
1.1. ECAP (Equal Channel Angular Pressing) – protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem

Metoda ECAP patří v dnešní době mezi nejlepší technologie využívající proces SPD. Byla vynalezená V. M. Segalem v roce 1980 v Rusku. Princip spočívá ve využití SPD ve vzorku, který je protlačován pomocí lisovnicku pravoúhlým rovnostranným kanálem s konstantním průřezem, který tvoří vertikální (vstupní) a horizontální (výstupní) kanál. Současný výzkum se zabývá válcovým a čtvercovým průřezem kanálu. Princip této účinné metody je znázorněn na obr. 1. 1. Velká plastická deformace vzniká v přechodu z vertikálního do horizontálního kanálu, kde za působení smykových napětí dojde ke zjemnění zrna. Hlavním důvodem, proč je metoda ECAP intenzivně rozvíjena, je její opakovatelnost, a tímto dosažení potřebného zjemnění zrna.



Obr. 1.1.1. Princip procesu ECAP.

V posledních letech došlo k mnoha experimentům, zaměřeným na hořčíkové slitiny s použitím protitlaku u procesu ECAP. Použití protitlaku je znázorněno na obr. 1.2. Po jednotlivých průchodech nástrojem ECAP byla měřena mikrotvrдость podle Vickerse a následně byla ověřena mikrostruktura pomocí transmisního elektronového mikroskopu (TEM). Výsledky ukázaly, že došlo ke zvýšení tvrdosti již v prvním průchodu. Experimentálním použitím protitlaku o velikost 50 MPa bylo prokázáno, že došlo ke snížení, v některých případech i odstranění trhlin ve vzorcích a poměrně velkému zjemnění zrna oproti procesu ECAP bez protitlaku při nižších teplotách (150 °C). Využitím metody konečných prvků bylo prokázáno, že lze vzorky protlačit snadněji tím, že se zvýší rychlost deformace a sníží se teplota na 150 °C [3].

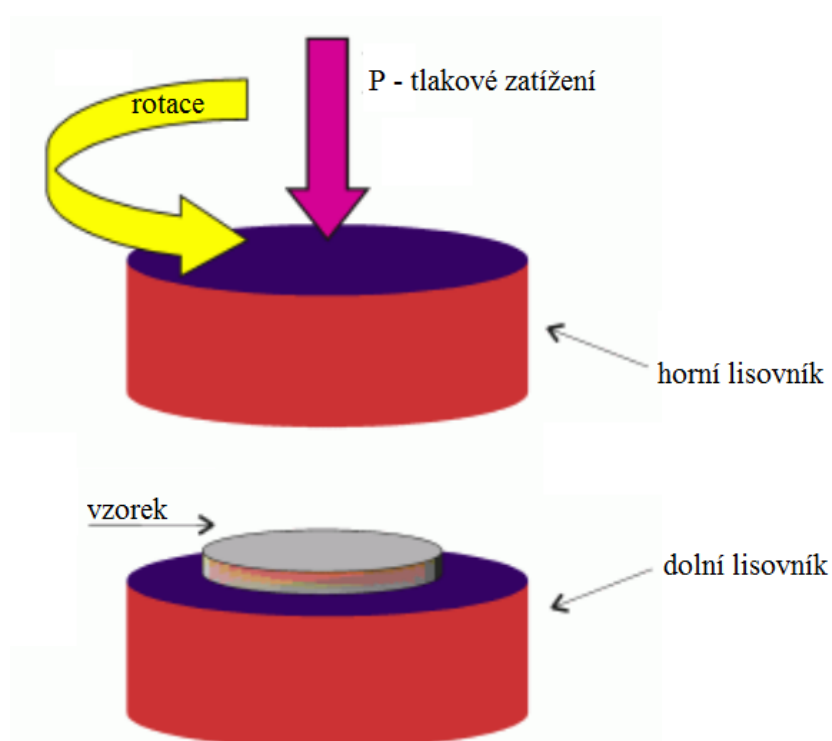


Obr. 1.2. Princip ECAP s použitím protitlaku [4].

1.2. HPT (High Pressure Torsion) – krut spojený s vysokým tlakem

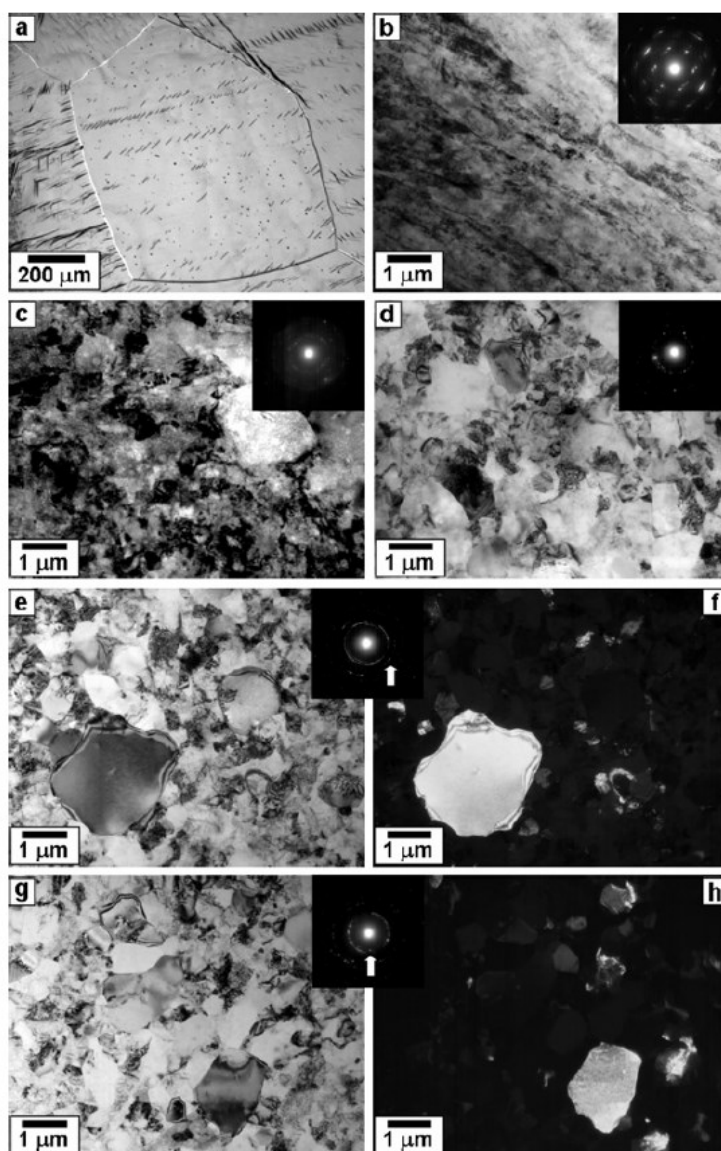
HPT je další metodou využívající vícenásobnou plastickou deformaci pro výrobu UFG materiálů. Princip je založen na tlakovém zatížení vzorku a následné rotaci, jak je znázorněno na obr. 1.3.

Tenký kruhový disk (nejčastější tloušťky $t = 0,8 \text{ mm}$) je vložen mezi dva masivní lisovníky (horní a dolní). Vzorek je zatížen velkým tlakem P ($3 - 6 \text{ GPa}$). Rotační pohyb vyvolává buď horní, nebo dolní lisovník a tím vzniká velké tření a intenzivní smykové napětí ve vzorku při teplotě 25 °C . Počet otáček se volí $N = 0,25; 0,5; 1; 3$ nebo 10 . Úhlová rychlost otáčení $\omega = 0,5 \text{ [rad/min]}$. Tím se docílí zvýšení tvrdosti a pevnosti v tahu. Nejdůležitějším parametrem HPT procesu z hlediska deformačního chování pro HPT proces je teplota tavení hořčíku ($T_m = 650 \text{ °C}$). Na takto zpracovaných vzorcích se měří mikrotvrdość podle Vickerse a provádí se tahová zkouška. Strukturu leštěných žíhaných vzorků lze sledovat pomocí optické mikroskopie (LM), leptaných v roztoku $5\% \text{ HNO}_3$ a $95\% \text{ C}_2\text{H}_5\text{OH}$, nebo pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM), kde se vzorky brousí mechanicky do tloušťky $0,15 \text{ mm}$, a pak elektrochemicky za použití roztoku $2\% \text{ HClO}_4$, $28\% \text{ C}_3\text{H}_5(\text{OH})_3$ a $70\% \text{ CH}_3\text{OH}$ při teplotě -10 °C pod napětím 30 V [6].



Obr. 1.3. Princip procesu HPT [5].

Žíhané vzorky hořčíku před procesem HPT dosahují mikrotvrdosti pouze 28 HV, a velikost zrna se pohybuje okolo 1600 μm . Nejvyšší mikrotvrdost dle Vickerse lze dosáhnout po 0,25 a 10 otáčkách lisovníku, a to zhruba 40 HV, s velikostí zrna v průměru 1 μm . Na obr. 1.4. je znázorněna mikrostruktura získána LM a TEM mikroskopy se světelnou difrakcí elektronů SAED. Konkrétně na obr. 1.4a lze dobře vidět mikrostrukturu žíhaného vzorku před procesem HPT a na obr. 1.4b-h mikrostrukturu po procesu HPT. Nejvyšší dosažená tvrdost je zobrazena na obr. 1.4b [6].

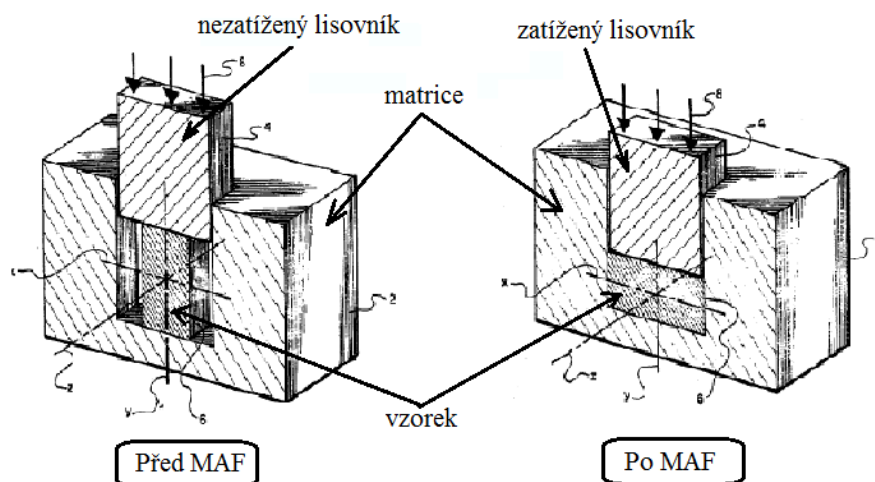


Obr. 1.4. Mikrostruktura hořčíkové slitiny AZ31 z LM a TEM se světelnou difrakcí elektronů SAED; Obr.: 1.4a) žíhaný vzorek před HPT (LM), 1.4b) 0,25 otáčky (TEM), 1.4c) 0,5 otáčky (TEM), 1.4d) 1 otáčka (TEM), 1.4e) a 1.4f) 3 otáčky (TEM), 1.4g) a 1.4h) 10 otáček (TEM) [6].

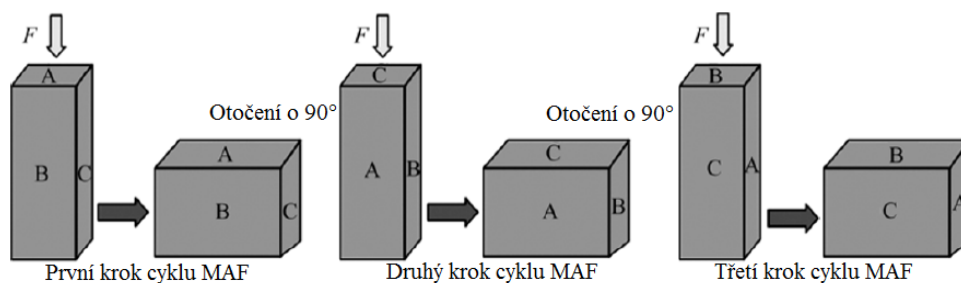
1.3. MAF (Multi-Axial Forging) – víceosé kování

Metoda víceosého kování vzorku využívá obdobně proces vytvoření vysokého plastického přetvoření, který vzniká přetvářením vzorku pomocí síly, působící na lisovník v uzavřené formě – matici. Příkladově vzorek hořčíkové slitiny AZ 31 má tvar kvádrů o čtvercové podstavě s rozměry 30 x 30 mm a výšce 60 mm [8].

Vzorek se vloží do dutiny matrice a následně dojde k ohřevu na teplotu 250 °C. Tvářecí nástroj přetváří vzorek do tvaru daného dutinou matrice, jak je patrné z obr. 1.5. V dalším kroku se vzorek pootočí o 90°, ohřeje na stejnou teplotu a opět působením síly na nástroj dojde k přetvoření vzorku. Tento postup se opakuje ještě jednou. Celý tento postup se nazývá MAF cyklus a je znázorněn na obr. 1.6. Pro 1 – 2 cykly je teplota stejná, čili 250 °C, pro 3 – 5 cyklů je nastavena na 200 °C a pro 6 – 8 cyklů 170 °C [8].



Obr. 1.5 Princip procesu MAF [7].



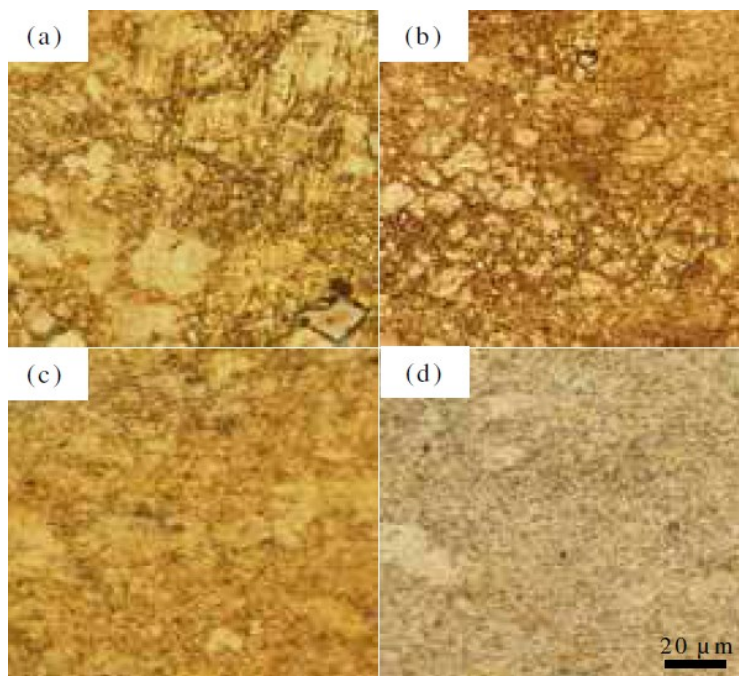
Obr. 1.6. Cyklus procesu MAF [9].

Mikrostruktura slitiny AZ 31 byla pozorována pomocí LM mikroskopu. Na obr. 1.7. je zobrazena mikrostruktura před procesem MAF. Průměrná velikost zrna je 20 μm [8].

Mikrostruktury po jednotlivých cyklech MAF jsou znázorněny na obr. 1.8. Velikost zrna po prvním cyklu dosahuje 15 μm , po druhém cyklu je to už 9 μm , po pátém cyklu 4 μm a po osmém cyklu MAF je průměrná hodnota velikosti zrna 1 μm [8].

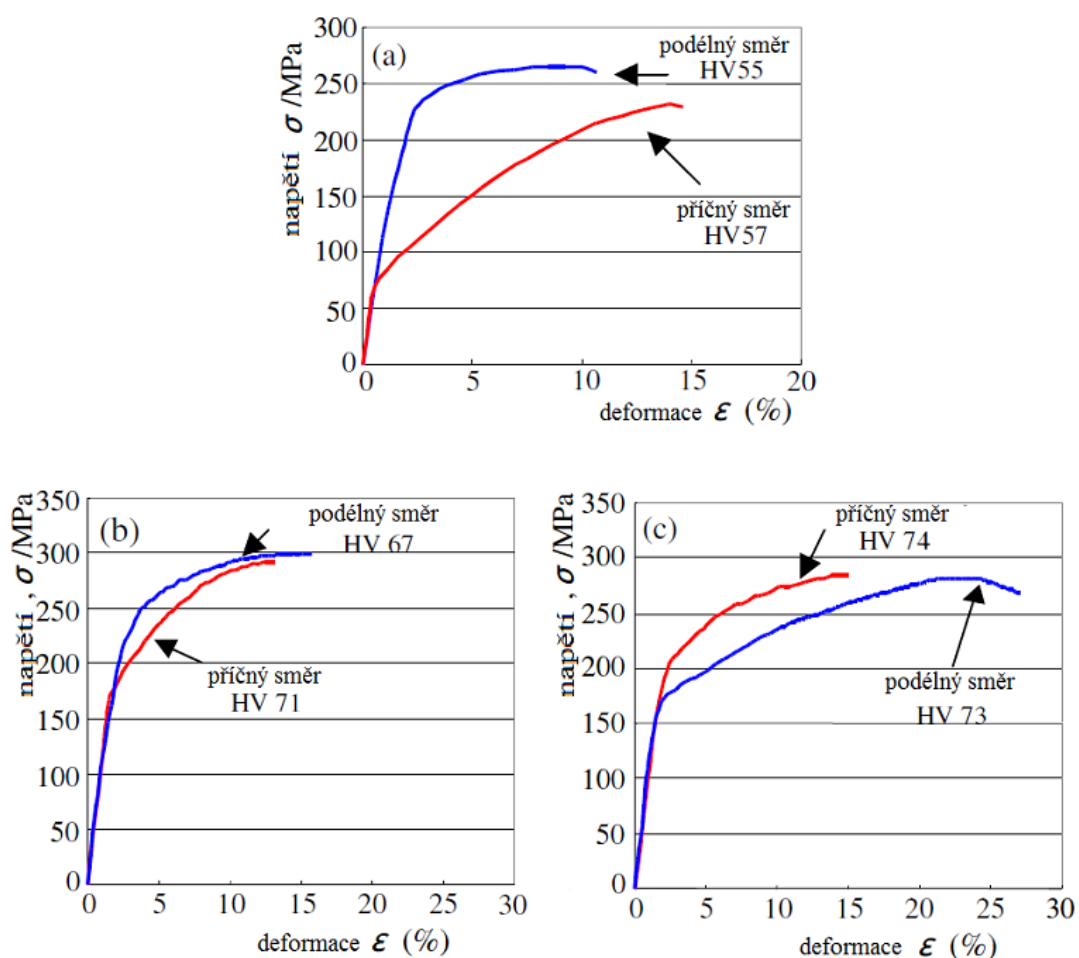


Obr. 1.7. Mikrostruktura z LM před procesem MAF [8].



Obr. 1.8. Mikrostruktura z LM slitiny AZ 31 po jednotlivých cyklech MAF
a) 1 cyklus; b) 2 cykly; c) 5 cyklů; d) 8 cyklů [8].

Mechanické vlastnosti hořčkové slitiny AZ 31 se zjišťují pomocí mikrotvrdosti dle Vickerse a tahovou zkouškou krátkých vzorků. Krátké vzorky mají plochý tvar s délkou 5 mm, šířkou 3 mm a tloušťkou 1 mm [8]. Tahová zkouška se provádí při pokojové teplotě. Při zkoušce mikrotvrdosti dle Vickerse se používá předzatížení 2,94 N po dobu 30 s. Tahové diagramy včetně naměřené mikrotvrdosti dle Vickerse v příčném a podélném směru vzorku jsou uvedeny na obr. 1.9. Z těchto diagramů lze pozorovat změnu pevnosti v tahu a tvrdost, jak se mění s počtem kovacích cyklů [8].

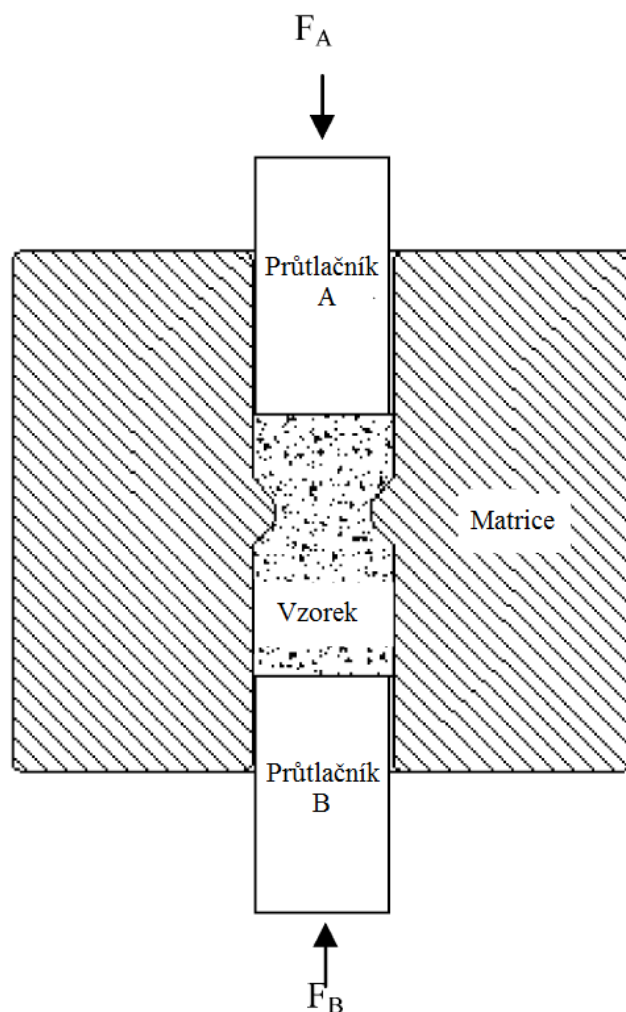


Obr. 1.9. Tahové diagramy slitiny AZ 31 s naměřenou mikrotvrdostí dle Vickerse:
a) výchozí stav AZ 31 před MAF; b) po 1 cyklu MAF; c) po 4 cyklu MAF [8].

Z tahových diagramů na obr. 1.9. je patrné, že s narůstajícím počtem cyklů MAF dochází ke zvyšování tvrdosti jak v podélném směru, tak i ve směru příčném. Nejvíce však ve směru příčném, kde ve výchozím stavu je tvrdost minimální (HV 57) a po 4. cyklu MAF dosáhne maxima (HV 74).

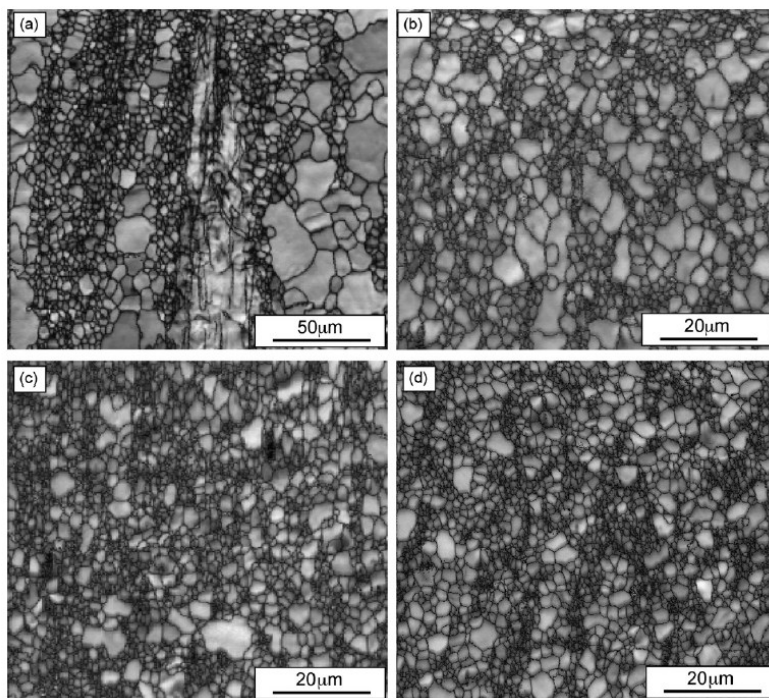
1.4. CEC (Cyclic Extrusion Compression) – protlačování s pomocí protitlaku

Další účinnou metodou pro výrobu UFG materiálů je metoda CEC. Princip je založen na dvou mechanismech, a to na protlačování a následném působení protitlaku. Postup je znázorněn na obr. 1.10. Matrice se skládá z horní a dolní komory, které mají stejný průměr D a pohybují se v nich oba průtlačníky, na které působí síly F_A a F_B . Mezi těmito komorami se nachází výběžek s menším průměrem d , ve kterém dochází k vyvození velké plastické deformace. Síly F_A a F_B jsou monitorovány a upravovány pomocí počítačového řízení celého stroje – lisu. Výhodou procesu CEC je možnost opakování protlačování vzorku, a to z důvodu shodné velikosti vzorku před a po CEC [10].



Obr. 1.10. Princip procesu CEC [10].

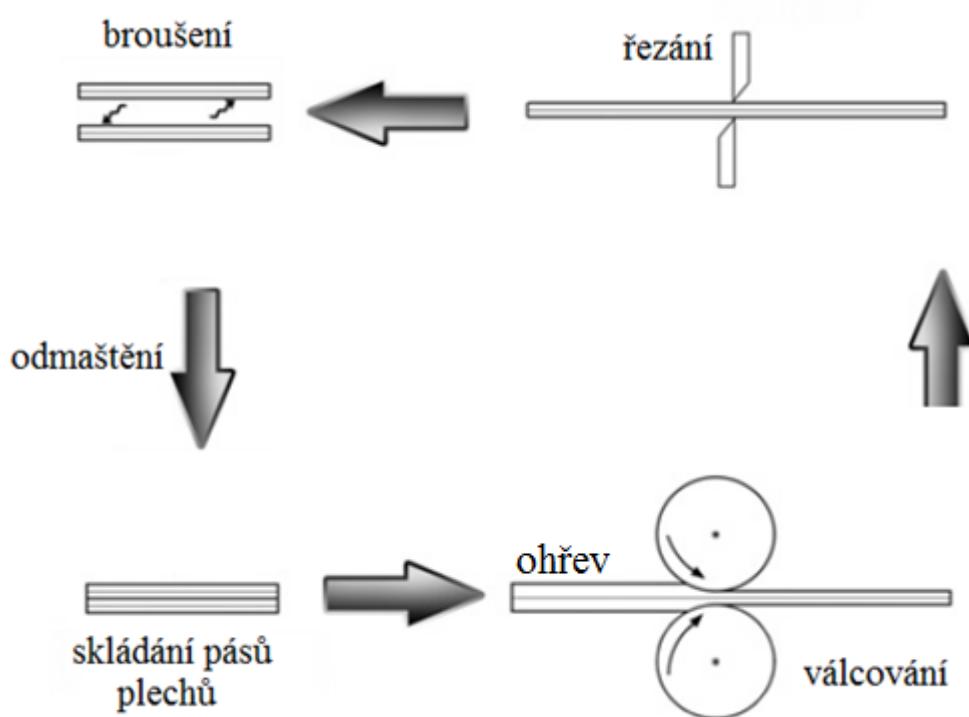
Vzorky hořčíkové slitiny AZ 31 mají průměr 20 mm a délku 90 mm. Obě komory matrice, ve kterých se pohybují průtlačníky, se namažou vhodným mazivem – grafitový prášek, a zahřejí se po dobu 10 min na teplotu 100 °C. Po této době se teplota zvýší na 300 °C po dobu 2 hodiny. Pak se vzorek vloží do horní komory matrice a zahájí se CEC proces. Protlačování se provádí při rychlosti 7 mm/s [10]. Tento proces se opakuje, a po posledním protlačení se vzorek pozoruje na LM, TEM nebo pomocí EBSD na mikroskopech SEM. Na LM lze pozorovat mechanismus zjemnění zrna. Při analýze struktury na mikroskopu SEM je obtížná především příprava vzorku, protože je kladen velký nárok na čistotu povrchu, a to z důvodu, že slitina AZ 31 snadno a rychle oxiduje. Vzorek se nejprve mechanicky brousí, pak se mechanicky leští a finální operací je leštění oxidem křemičitým. Poté se vzorek opláchne v metanolu a acetonu a ihned se vloží do mikroskopu SEM. Obr. 1.11. zobrazuje mikrostrukturu hořčíkové slitiny AZ 31 na mikroskopu SEM s technologií EBSD před procesem CEC a po jednotlivých počtech protlačení. Velikost zrna před CEC je cca 20 μm . Po prvním protlačení dosahuje velikost zrna 2,17 μm , po třech protlačeních je to 1,81 μm a po sedmi protlačeních 1,77 μm . Z těchto výsledků vyplývá, že největší účinnost je hned po prvním protlačení AZ 31 technologií CEC, kdežto v dalších protlačeních již nenastává tak velký rozdíl v dosažených velikostech zrna [10].



Obr. 1.11. Mikrostruktura SEM – EBSD po jednotlivých CEC protlačeních při 300 °C
a) výchozí struktura AZ 31; b) po 1 protlačení; c) po 3 protlačení; d) po 7 protlačení [10].

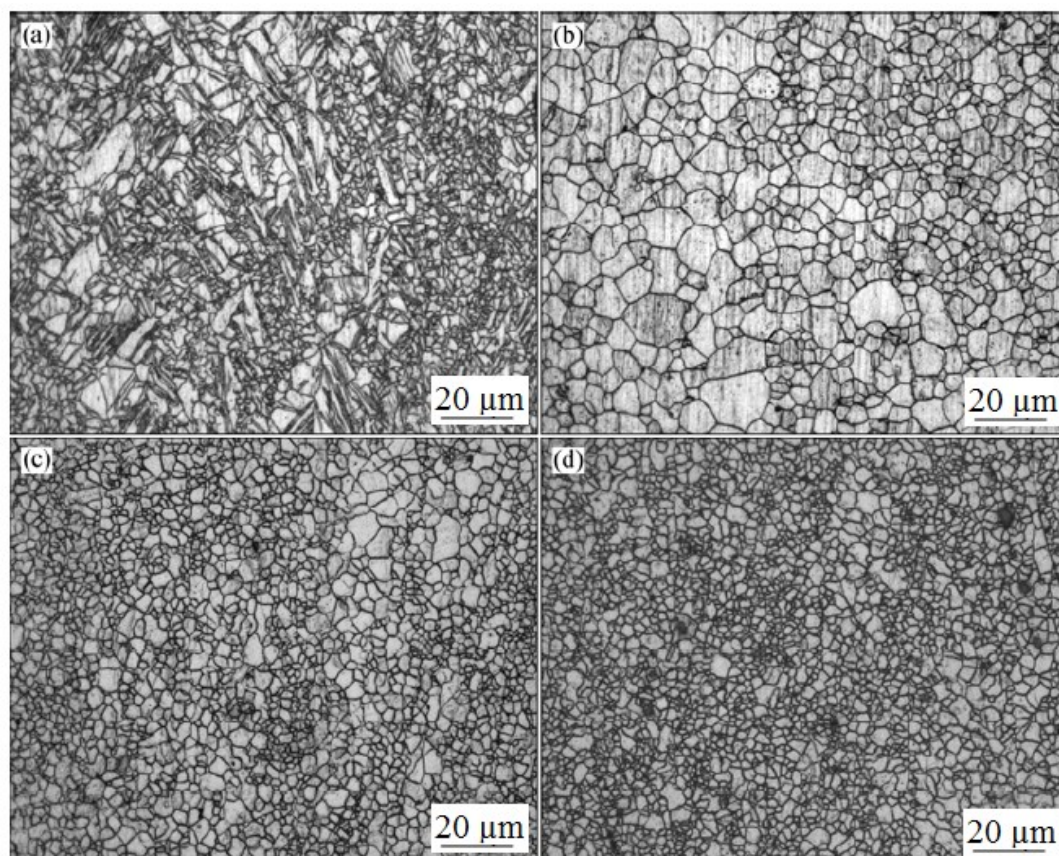
1.5. ARB (Accumulative Roll Bonding) – vícenásobné dělení a válcování

Další perspektivní metodou zjemňování zrna za pomoci SPD je proces ARB, který vynalezl Y. Saito. Je založen na přesném složení dvou pásů plechů o rozměrech 200 mm x 75 mm a tloušťce 1,5 mm, které jsou připraveny válcováním při teplotě 300 °C. V tomto případě je celková tloušťka obou plechů 3 mm. Takto složené plechy se ohřejí v elektrické peci na 300 až 400 °C po dobu 10 min, a provede se válcování dvěma válci o průměru 400 mm, které se otáčí rychlostí 23 ot/min, a výsledná tloušťka má hodnotu 50 % původní, tj. 1,5 mm. Poté se tento pás plechu rozřízne na dva pásy, provede se odmaštění a broušení, a celý proces se opakuje. Proces ARB lze opakovat až 3x, a označujeme jej malým indexem, který označuje počet cyklů (ARB₁, ARB₂ a ARB₃). Schéma procesu ARB je uvedeno na obr. 1.12. [11].



Obr. 1.12. Princip procesu ARB [12].

Výsledné zjemnění zrna hořčíkové slitiny AZ 31 se odvíjí od tloušťky použitých pásů plechů, teploty válcování a počtu ARB cyklů. Po procesu ARB se výsledné parametry vyšetřují pomocí LM a za pomoci EBSD. Pro LM se vzorky brousí karbidem křemíku (SiC) o zrnitosti 1200. Následuje leštění diamantovými kotouči s velikostí zrna 6, 3 a 1 μm a následné leptání v roztoku (6 g kyseliny pikrové, 100 ml etanolu, 5 ml kyseliny octové a 10 ml vody) po dobu 10 – 30 s. Vzorky pro EBSD se mechanicky leští brusným papírem, tvořeným karbidem křemíku se zrnitostí 2000. Následuje elektro-leštění pro odstranění zbytkového povrchového napětí za použití roztoku 10 % HClO_4 + 90 % etanolu při teplotě $-35\text{ }^\circ\text{C}$. Velikost zrna pásů plechů před procesem ARB se pohybuje okolo 10 – 17 μm . Již po prvním cyklu ARB se pohybuje průměrná velikost zrna okolo 2,885 μm a po třetím cyklu až 1,317 μm . Mikrostruktura hořčíkové slitiny AZ 31, zjištěná na OM je zobrazena na obr. 1.13. [11].

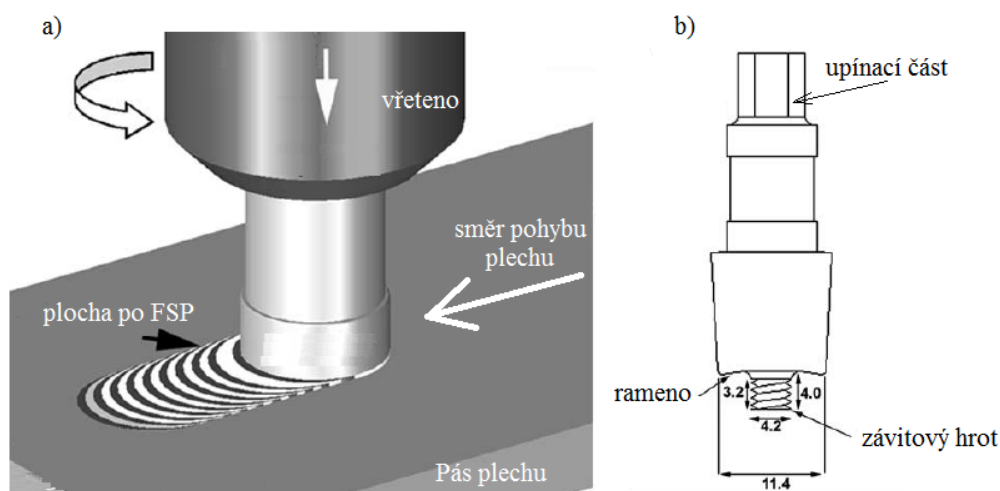


Obr. 1.13. Mikrostruktura hořčíkové slitiny AZ 31

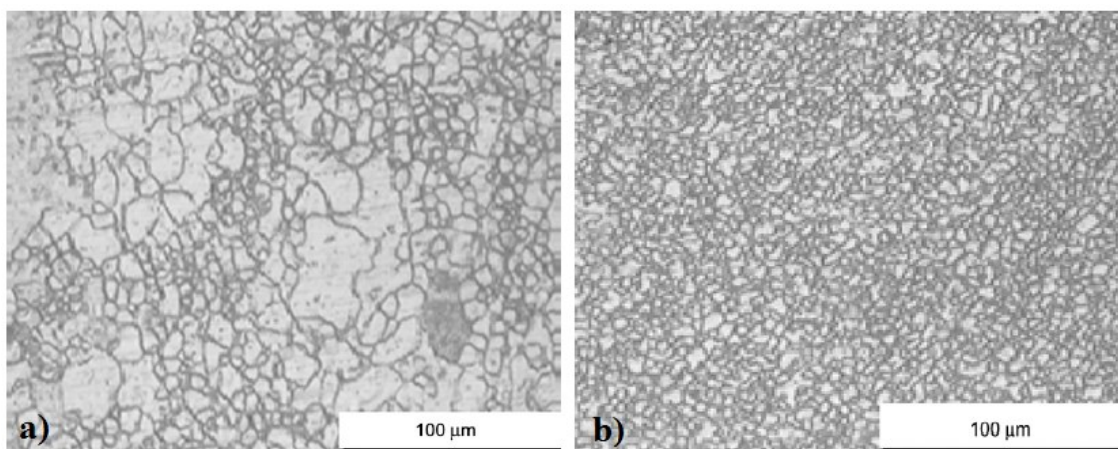
- a) vzorek před ARB nežíhaný; b) vzorek před ARB žíhaný na $300\text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 10 min;
 c) vzorek po ARB_1 (1 cyklu), žíhaný na $300\text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 10 min; d) vzorek po ARB_3
 (3 cyklech), žíhaný na $300\text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 10 min [11].

1.6. FSP (Friction Stir Process) – zjemňování pomocí tření

FSP je relativně nový způsob pro vytváření UFG materiálů. Vznikl modifikací procesu FSW (Friction Stir Welding), což je nekonvenční metoda svařování třením. Nástroj tvořený závitovým hrotem, uchyceným v rameni vřetene frézky a vyrobený z vysoce pevné uhlíkové oceli, slouží k promíchávání materiálu. Pás plechu je pevně upnut na pohyblivém stole frézky. Poté se do plechu zavede rotující nástroj, a spustí se příčný pohyb stolu i s materiálem. Celý pás plechu se zpracuje překrýváním stop nástroje. Teplo, které vzniká třením mezi rotujícím nástrojem a povrchem materiálu udává míru velké plastické deformaci, a tím vzniká UFG s velikostí zrna $0,68\text{ }\mu\text{m}$. Princip metody FSP je znázorněn na obr. 1.14. [13]. Mikrostruktura hořčíkové slitiny AZ 31 je uvedena na obr. 1.15.



Obr. 1.14. a) Princip procesu FSP; b) Nástroj pro FSP [13].

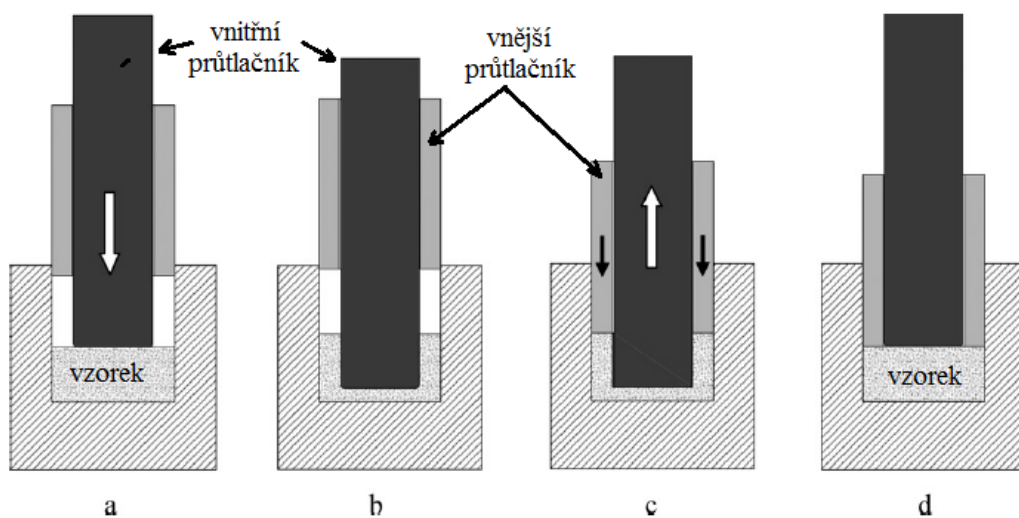


Obr. 1.15. Mikrostruktura AZ 31 na LM: a) před FSP; b) po FSP [14].

1.7. ABE (Accumulative Back Extrusion) – zpětné protlačování

Pro sériovou výrobu byla v předešlých letech vynalezena metoda ABE, označovaná jako novodobá technologie sloužící ke zjemňování zrna pomocí SPD. Princip spočívá ve zpětném protlačování vzorku, jak je znázorněno na obr. 1.16.

Vzorek kruhového průřezu se vloží do matrice a následně dojde k jeho zahřátí na teplotu (80 – 380 °C). V prvním kroku vlivem působení vnitřního průtlačníku dojde ke vzniku velké plastické deformace ve vzorku. V druhém kroku se využívá zpětného protlačení pomocí vnějšího průtlačníku prstencovitého tvaru, tím se vzorek vrátí do původního stavu a lze tento postup opakovat. Na obr. 1.17. je znázorněn vzorek před ABE a po třech cyklech pro různé teploty [15].

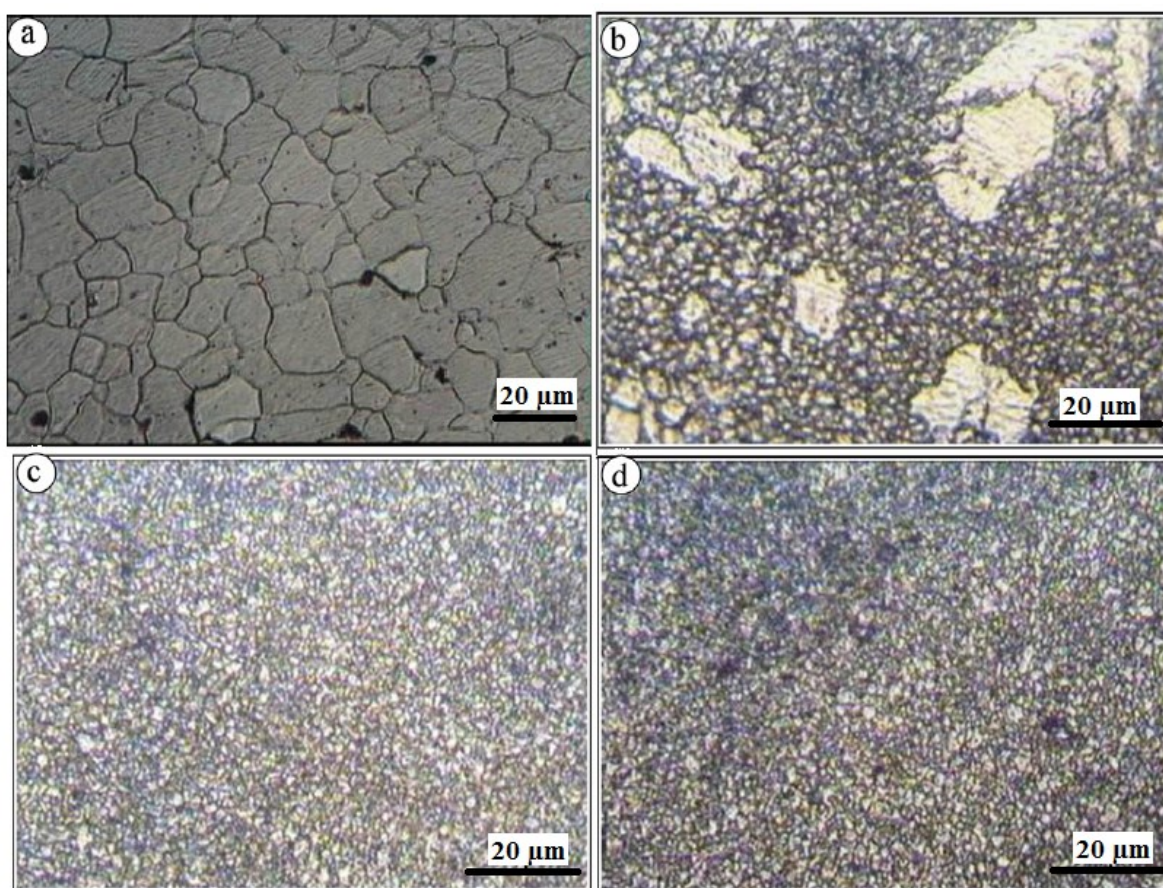


Obr. 1.16. Princip procesu ABE: a) počáteční stav; b) působení vnitřního průtlačníku; c) zpětné protlačení – vnější průtlačník; d) konec procesu [15].



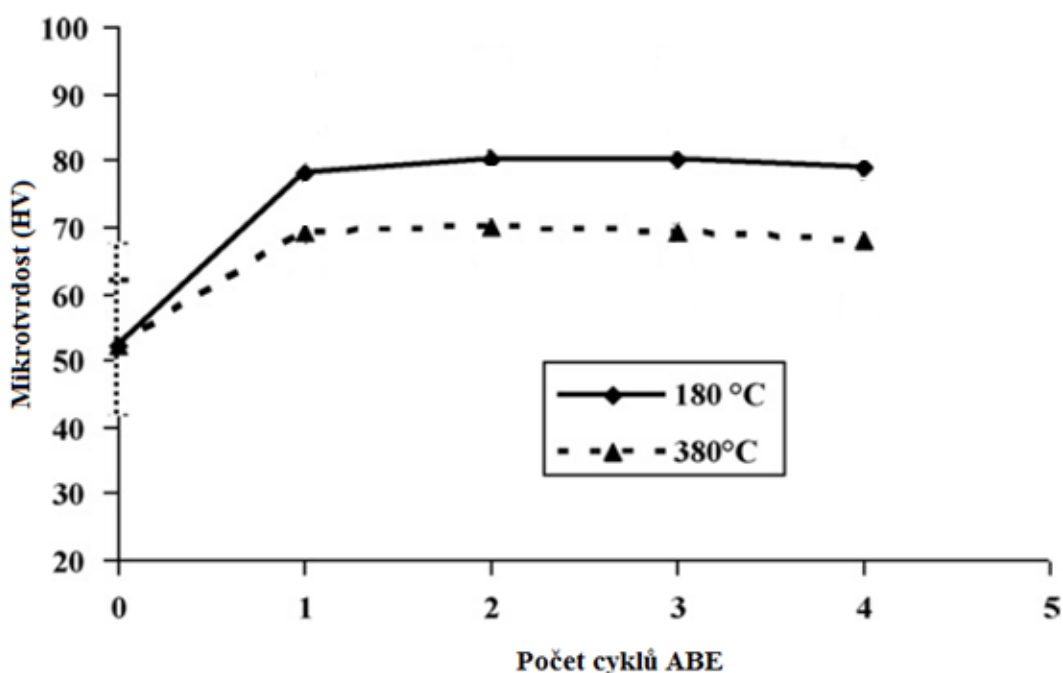
Obr. 1.17. Vzorky: a) před ABE; b) po třech cyklech při 130 °C; c) po třech cyklech při 300 °C [15].

Obchodně označována hořčíková slitina AZ31 se pro technologii ABE dodává ve formě válcovaného plechu o tloušťce 22 mm a průměrná velikost zrna se pohybuje okolo 25 μm . Z tohoto polotovaru se vyrobí vzorky $\varnothing 18 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$. Matrice se ohřívá pomocí termočlánku typu K a ke snížení tření se používá grafit. Následně se vzorek vloží do vyhřáté matrice a počká se na stabilizaci teploty ve vzorku a matrici. Celý postup zpětného protlačování probíhá na speciálním servoelektrickém zkušebním stroji s konstantní rychlostí posuvu 10 mm/min. Mikrostruktura se pozoruje na leštěném a leptaném povrchu za pomoci LM. Mikrostruktura po jednotlivých cyklech ABE při teplotě 230 °C je znázorněna na obr. 1.18. Průměrná velikost zrna již po prvním cyklu se pohybuje kolem 5 μm , po druhém 3 – 5 μm a po čtvrtém je to pouze 1 – 2 μm [15].



Obr. 1.18. Mikrostruktura AZ31 z LM: a) výchozí stav; b) po 1. cyklu ABE; c) po 2. cyklu ABE; d) po 4. cyklu ABE [15].

Efektivnost této nové metody lze vyjádřit pomocí měření tvrdosti. Konkrétně měření mikrotvrdosti dle Vickerse. Na obr. 1.19. je znázorněna závislost mikrotvrdosti (HV) na počtu ABE cyklů. Výsledkem této závislosti je spojnice bodů po jednotlivých počtech cyklů. Tato spojnice je vykreslena pro teplotu 180 °C a 380 °C. Z obr. 1.19. je patrné, jak vzroste mikrotvrdost hned po prvním cyklu ABE. V dalších cyklech je rozdíl mikrotvrdosti nepatrný, a z toho vyplývá, že s narůstajícím počtem cyklů se ztrácí efektivnost metody ABE. Při teplotě 180 °C došlo k navýšení tvrdosti o 53 % a při teplotě 380 °C o 34 %, což jsou výborné výsledky [15].



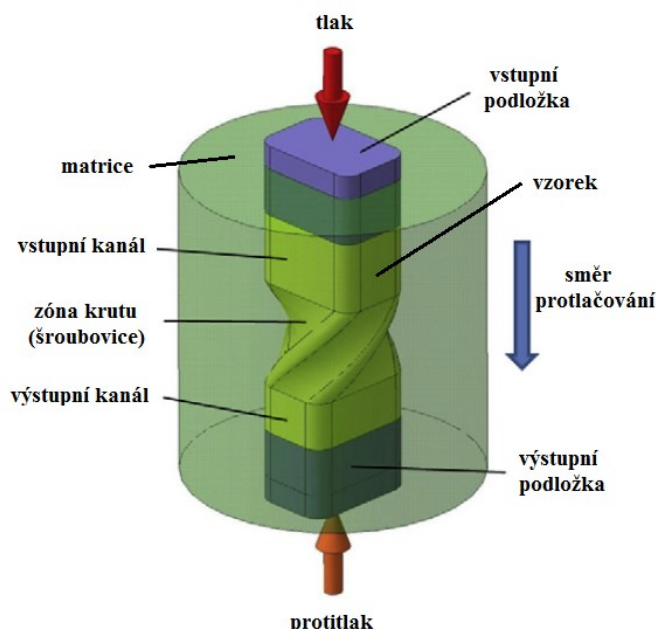
Obr. 1.19. Vliv počtu cyklů ABE na mikrotvrdost [15].

1.8. TE (Twist Extrusion) – protlačování se zabudovanou šroubovicí

Proces TE byl vyvinut za účelem zjemnění zrna až do nano měřítka pro průmyslovou oblast, se zaměřením na velké rozměry vzorků, a tímto se proces TE výrazně liší od ostatních procesů využívající SPD. Bohužel nedosahujeme touto metodou tak dobrých výsledků jak u ECAPu nebo HPT, a to díky nerovnoměrné stříhové deformaci, ta je menší v podélné ose vzorku [16].

Princip je založen na protlačování vzorku matricí se zabudovanou šroubovicí, ve které dochází ke vzniku střížné deformace za působení průtlačníku a protitlaku. Celá matrice se skládá ze vstupního kanálu, šroubovice a výstupního kanálu. Celý princip TE je zobrazen na obr. 1.20. Průřez vstupního a výstupního kanálu je totožný a může mít čtvercový, obdélníkový nebo kruhový průřez. Výhodou je právě totožný průřez vzorku na vstupu a výstupu, a to znamená, že lze celý proces opakovat [17].

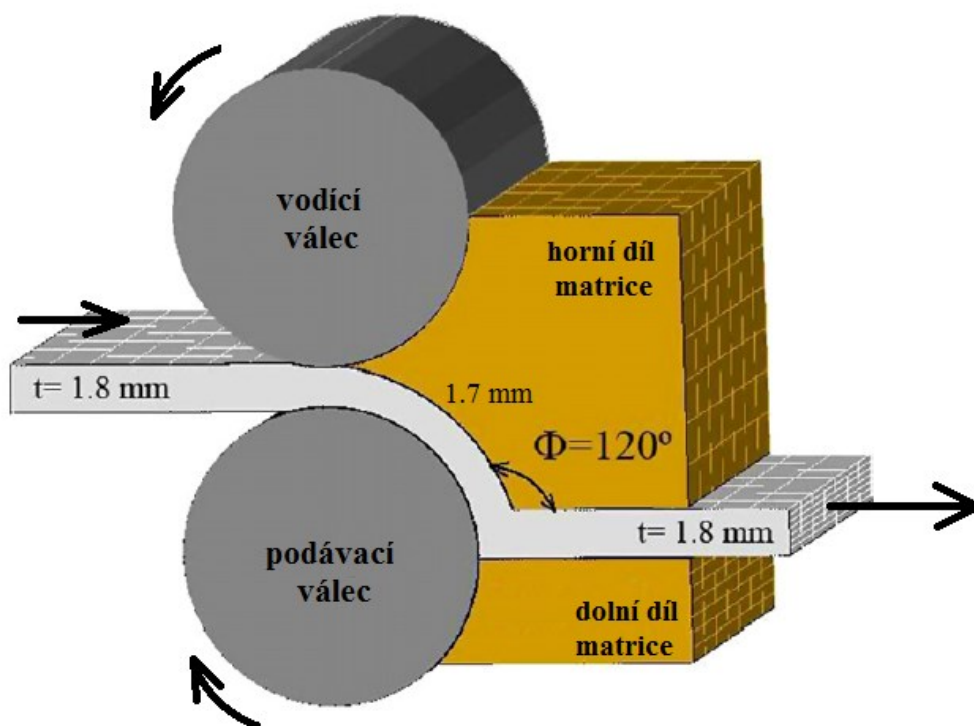
Metodu TE lze kombinovat s jinou SPD technologií, za účelem získání lepších mechanických vlastností. Konkrétně s procesem ECAP, a tímto spojením se zabývá praktická část této diplomové práce. ECAP s vloženou šroubovicí v horizontálním kanále byl vyvinut na VŠB – TU Ostrava.



Obr. 1.20. Princip procesu TE [17].

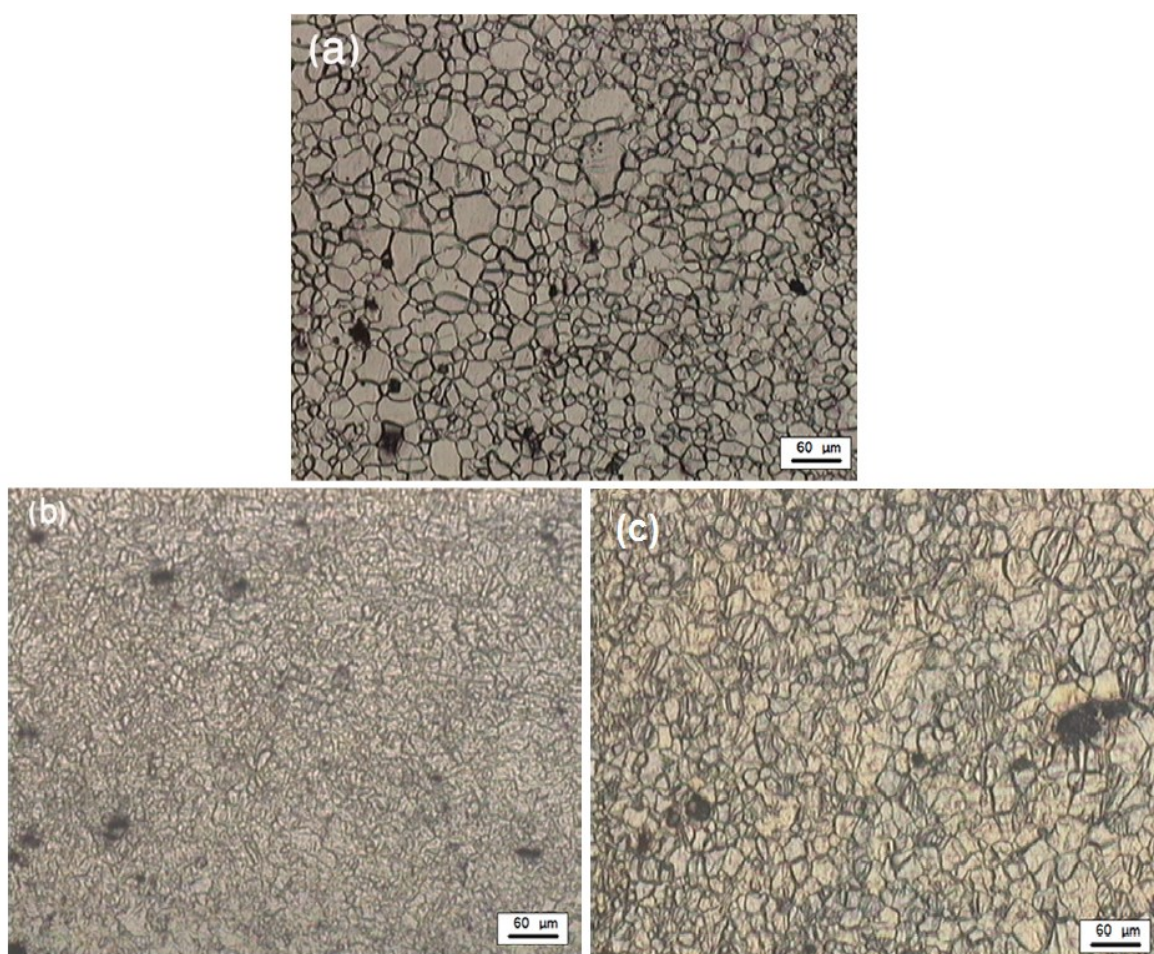
1.9. ECAR (Equal Channel Angular Rolling) – válcování rovnostranným pravoúhlým kanálem

ECAR je moderní proces využívající SPD pro vytvoření UFG struktury. Princip spočívá ve válcování pásu plechu mezi dvěma válci a následném průchodu horním a dolním dílem matrice. Pás plechu o počáteční tloušťce $t = 1,8 \text{ mm}$ se ohřeje na předem určenou teplotu a je dodáván do procesu pomocí vodícího a podávacího válce. Válcováním se tloušťka pásu plechu zmenší na $1,7 \text{ mm}$ a velká plastická deformace vzniká v přechodu z části mezi podávacím válcem a horním dílem matrice do části mezi horním a dolním dílem matrice, kde má pás plechu opět původní tloušťku $t = 1,8 \text{ mm}$. Celý proces lze díky této tloušťce opakovat. Princip je uveden na obr. 1.21. [18].



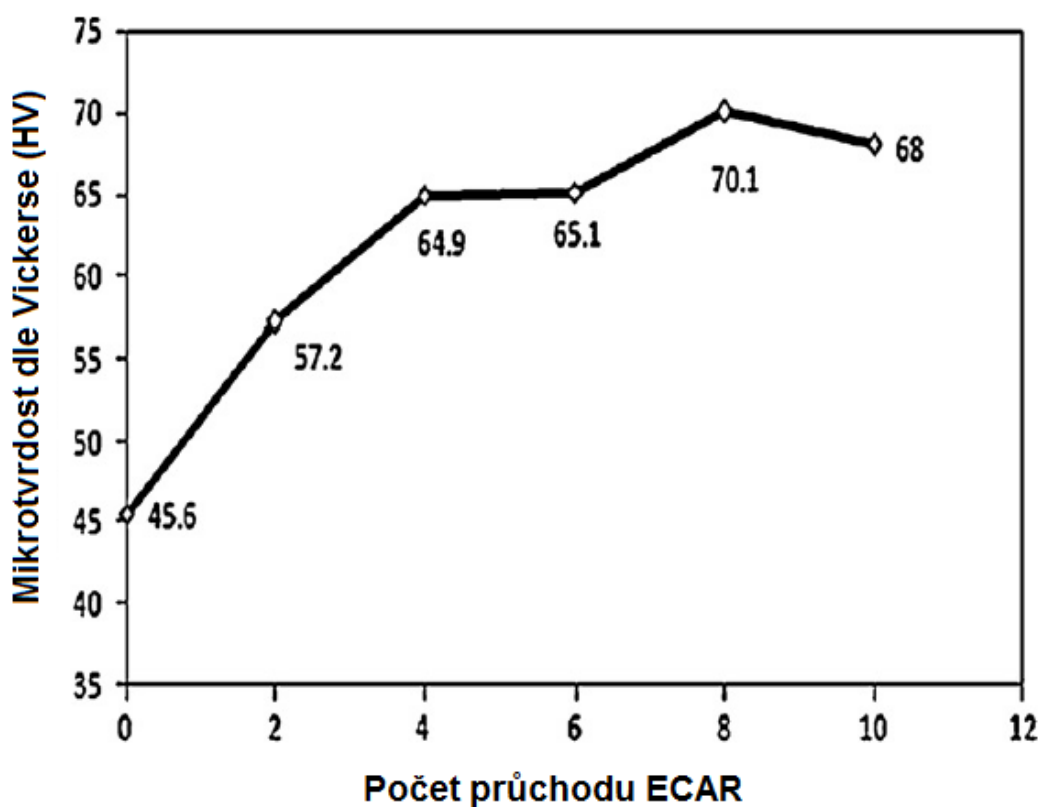
Obr. 1.21. Princip procesu ECAR [18].

Pro technologii ECAR se zaměřením na hořčíkové slitiny, konkrétně slitinu AZ31 se připravují vzorky o rozměru 250 mm x 20 mm a tloušťce $t = 1,8$ mm. Výchozí průměrná velikost zrna se pohybuje okolo 25 μm a strukturu lze označovat za nehomogenní. Jelikož hořčíkové pásy mají charakteristicky špatnou tvárnost při pokojové teplotě (vznik trhlin), je nutný ohřev. Pro první průchod se volí teplota 360 °C a pro další průchody se teplota snižuje (např. pro 10. průchod se volí 170 °C). Na obr. 1.22. je vyobrazena mikrostruktura z LM výchozího stavu slitiny AZ 31, pak po 2. průchodu a po 8. průchodu ECAR. Průměrná velikost zrna po 10. průchodech se pohybuje okolo 32 nm [18].



Obr. 1.22. Mikrostruktura AZ31 z LM: a) výchozí stav; b) po 8. průchodu ECAR; c) po 2. průchodu ECAR [18].

Zajímavým parametrem, díky němuž lze stanovit efektivitu daného procesu, je mikrotvrdost, konkrétně mikrotvrdost dle Vickerse. U hořčíkové slitiny AZ31 díky procesu ECAR dochází k 25 % nárůstu mikrotvrdosti vůči výchozímu stavu již po 2. průchodu. V dalších průchodech mikrotvrdost stále roste, a po 8. průchodu je maximální (53 % nárůst vůči výchozímu stavu), to je způsobeno mechanismem deformačního zpevnění. Průběh mikrotvrdost po jednotlivých průchodech je uveden na obr. 1.23. [18].



Obr. 1.23. Průběh mikrotvrdosti jednotlivých počtu průchodů ECAR [18].

2. Protlačení slitiny AZ31 nástrojem ECAP s vloženou šroubovicí v horizontálním kanále.

Protlačování hořčíkové slitiny AZ31 nástrojem ECAP s vloženou šroubovicí jsem prováděl v laboratořích VŠB-TU Ostrava pod vedením Ing. Stanislava Tylšara a Ing. Michala Salajky.

Jako polotovár byla využita slitina AZ31 ve formě tyčí, které byly následně opracovány na požadovaný čtvercový tvar a příslušnou délku pro nástroj ECAP. Připravené vzorky byly ohřáty v indukční peci na potřebnou teplotu. V dalším postupu bylo na vzorky i na tvářecí nástroj nanášeno mazivo a proveden vlastní protlačovací proces. Ze studie vhodné protlačovací cesty, byla zvolena cesta B_c (tj. otočení vzorku o 90° po každém průchodu). Protlačování probíhalo při teplotě 230 °C a 250 °C a při rychlosti posuvu 40 mm/min.

2.1. Popis pracoviště.

Samotné protlačování bylo provedeno na hydraulickém lisu DP 1600 kN, který v roce 2007 prošel renovací, při které byly nainstalovány nové prvky měřící závislost síly na dráze a následně tyto hodnoty lze digitalizovat pomocí programu M – Test do notebooku. Z těchto hodnot lze vytvořit křivky přetvárných odporů a tím získat průběh celého procesu. Parametry lisu jsou uvedeny v tab. 2.1. Snímek lisu a pracoviště je zobrazeno na obr. 2. 1.

Tab. 2.1. Parametry lisu DP 1600 kN.

Technické parametry	Hodnota	Jednotka
Jmenovitá tvářecí síla	1600	kN
Rychlost posuvu	40	mm/min
Maximální zdvih	120	mm
Rozměry lisu	800 × 1700 × 1850	mm
Váha lisu	1550	kg



Obr. 2.1. Lis DP 1600 kN na pracovišti.

Dalším nezbytným zařízením na pracovišti byla elektrická indukční pec M20VA (obr. 2.2.). Tato pec slouží na předehřátí vzorků před samotným protlačováním. Pec je ovládaná potenciometrem a lze tak nastavit přesně požadovanou teplotu. Technické parametry pece jsou uvedeny v tab. 2.2. Do pece se vloží vzorky a počká se, až teplota dosáhne hodnoty 250 °C popř. 270 °C. Tato teplota je navýšena o přídavek (20 °C), z důvodů ochlazení při transportu vzorků do nástroje ECAP, kde je potřebná teplota pro protlačování 230 °C popř. 250 °C (obr. 2.4.). Kontrola teploty byla prováděna dotykovým teploměrem OMEGA HH12A (obr. 2.3.).

Tab. 2.2. Parametry elektrické indukční pece

Technické parametry	Hodnota	Jednotka
Výrobce	LAC Rajhrad	---
Typ	M20VA	---
Výkon	3	kW
Max. teplota	1150	°C



Obr. 2.2. Elektrická indukční pec



Obr. 2.3. Dotykový teploměr

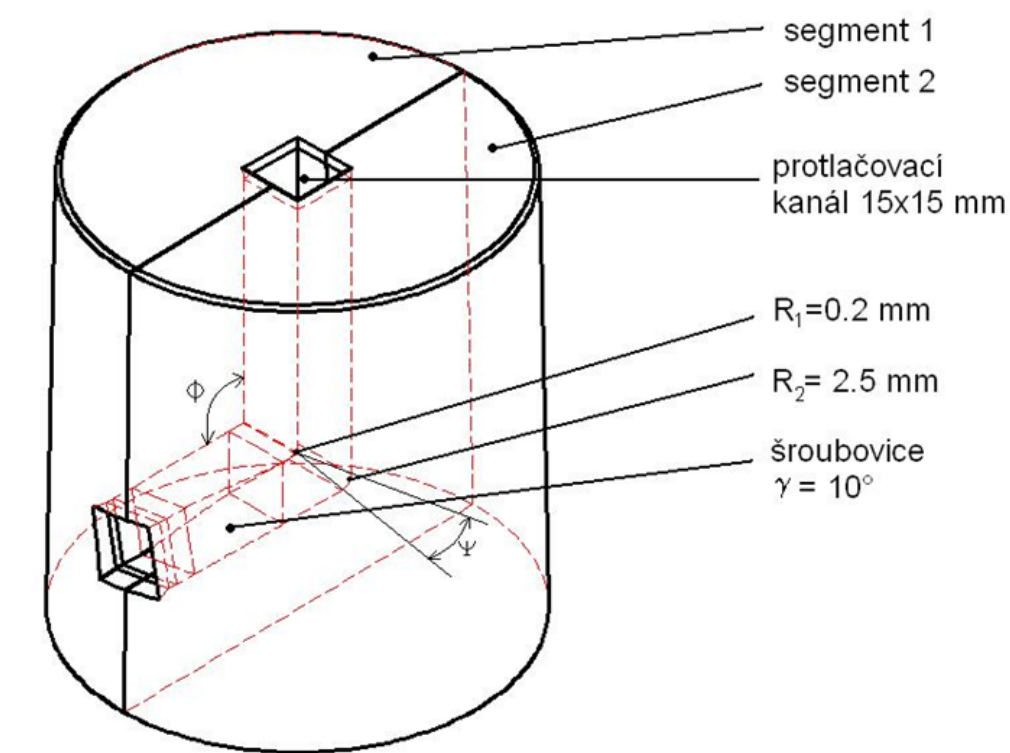


Obr. 2.4. Elektrická indukční pec s vloženými vzorky

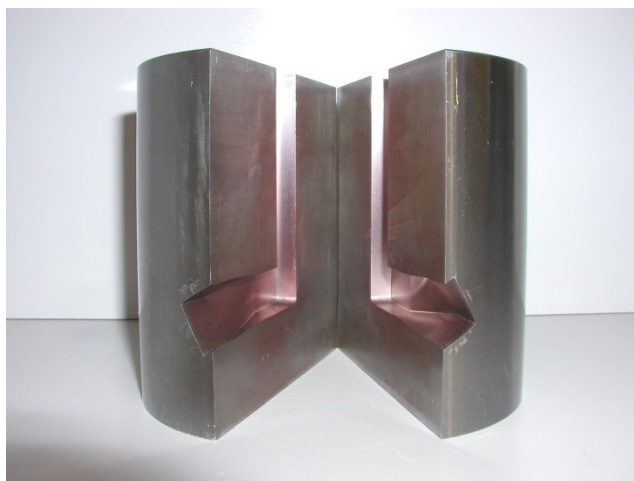
2.2. Nástroj ECAP se zabudovanou šroubovicí 10°

Veškeré protlačování jsem prováděl pomocí nástroje ECAP se zabudovanou šroubovicí v horizontálním kanále se stoupáním 10° (obr. 2.6). Tato metoda vznikla kombinací klasického ECAPu (popsaném v kapitole 1.1.) a procesu TE (popsaném v kapitole 1.8.).

Nástroj tvoří vertikální kanál, který se nijak neliší od klasické konstrukce ECAP a horizontální kanál, který tvoří již zmíněná šroubovice se stoupáním 10° (obr. 2.5). Kanály jsou pravoúhlé s napojením pod úhlem $\Phi = 90^\circ$ a mají čtvercový průřez 15 x 15 mm. Celý nástroj je vyroben z nástrojové oceli HOTVAR (Cr – Mo – V), což je legovaná vysokovýkonná ocel pro práci za tepla, která se vyznačuje vysokou odolností proti opotřebení za tepla, má velmi dobré vlastnosti při vysokých teplotách a v neposlední řadě má velmi dobrou tepelnou vodivost. Nástroj je uchycen v ocelovém bloku, který je zaizolován a připevní se na lis pomocí 4 šroubů (obr. 2.6.). V bloku pro nástroj jsou zavedeny dva termočlánky, které měří teplotu nástroje.



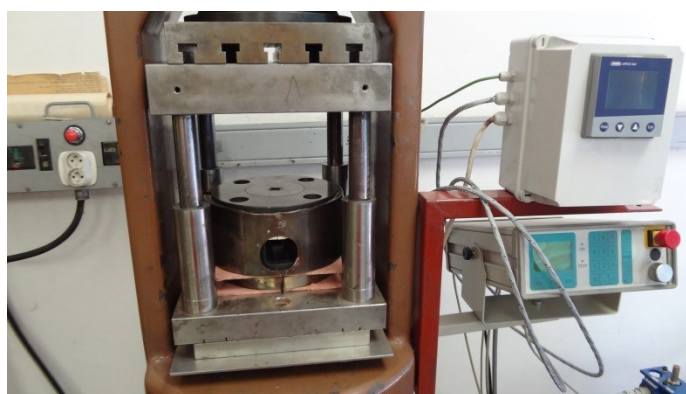
Obr. 2.5. Nástroj ECAP s vloženou šroubovicí v horizontálním kanále [20].



Obr. 2.6. Detail nástroje se zabudovanou šroubovicí v horizontálním kanále



Obr. 2.7. Část nástroje ECAP s průtlačníkem



Obr. 2.8. Upevnění nástroje na lise DP 1600 kN

2.3. Použité mazivo

K zajištění klidného a hladkého průběhu protlačování je zapotřebí správná volba maziva. Mazání se provádí na průtlačníku v intervalu co 3 protlačení, na pohyblivých válcích lisu v intervalu přibližně co 10 protlačení a nejdůležitější je mazání ohřátého vzorku ihned po vytažení z indukční pece a následné vložení do nástroje ECAP.

Pro mazání bylo použito mazivo na bázi NICRO Thermocup 1200, určené pro kluzné plochy s velkým mechanickým zatížením. Daný typ maziva se vyznačuje vysokou odolností vůči otěru z nanesených ploch, velmi dobrými mazacími vlastnostmi a v neposlední řadě také použitím v širokém rozsahu teplot. Charakteristické parametry této montážní pasty jsou uvedeny v tab. 2.3.

Tab. 2.3. Parametry vybraného maziva NICRO Thermocup 1200

Parametr	Hodnota	Jednotka
Použitelnost v rozmezí teplot	-180 až +1200	°C
Barva	šedá	---
Konzistence	pasta	---
Koeficient tření dle DIN 946	0,1	---
Pevnost v tlaku	22 000	N/cm ²
Součinitel tepelné vodivosti	0,8	W/mK

2.4. Materiál použitý pro výrobu vzorků

Pro experimenty byla použita hořčíková slitina AZ31, dodána ve formě tyčí Ø20 – 900 mm, vyrobena tlakovým litím a následným protlačením při 400 °C. Slitina obsahuje přibližně 3 % hliníku, který zlepšuje antikorozi vlastnosti a 1 % zinku. Složení je tvořeno dalšími prvky uvedenými v tab. 2.4., dle platné ASTM normy. Tato slitina je považována za moderní materiál pro použití v širokém spektru automobilového, leteckého a kosmického průmyslu, a to z důvodu její nízké hmotnosti, dobré obrobitelnosti a také dobrých mechanických vlastností. Nevýhodou je možnost výskytu heterogenní struktury a nutnost tváření za tepla. Mechanické vlastnosti jsou uvedeny v tab. 2.5.

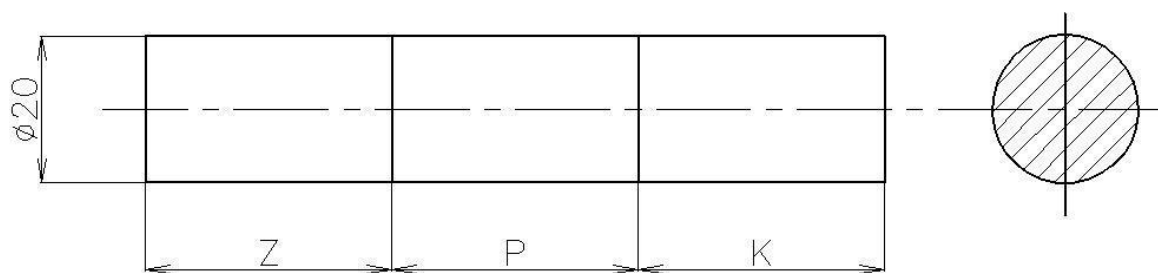
Tab. 2.4. Chemické složení hořčíkové slitiny AZ31

Chem. prvek	Al [hm. %]	Zn [hm. %]	Mn [hm. %]	Cu [hm. %]	Si [hm. %]	Fe [hm. %]	Mg [hm. %]
AZ31	2,97	0,765	0,246	0,0016	0,019	0,000996	zbytek

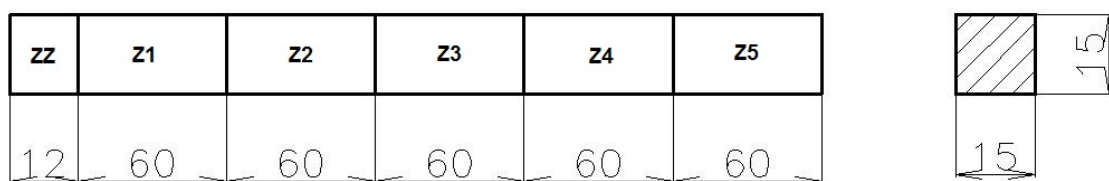
Z dodané tyče se nejprve odebraly vzorky pro měření tvrdosti ve výchozím stavu a vzorky pro metalografickou analýzu. Zbytek tyče se rozřezal na tři části (obr. 2.9), a následně se frézováním obrobily na rozměr 15 x 15 mm v laboratořích VŠB – TU Ostrava. Detailní nákres místa odběru: **Z** (obr. 2.10.), **P** (obr. 2.11.) a **K** (obr. 2.12.). Následně se provedlo dělení materiálu na hranoly řezáním na délku 60 mm. Část vzorků byla použita na tepelné zpracování, zbylé vzorky se použily na protlačení nástrojem ECAP.

Tab. 2.5. Mechanické vlastnosti AZ31 – protlačena při 400 °C

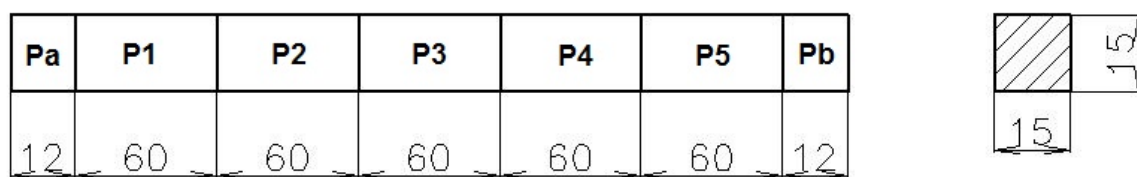
Mechanická vlastnost	hodnota
Mez pevnosti	255 MPa
Mez kluzu	200 MPa
Tažnost	12 %
Tvrдост	49 HV



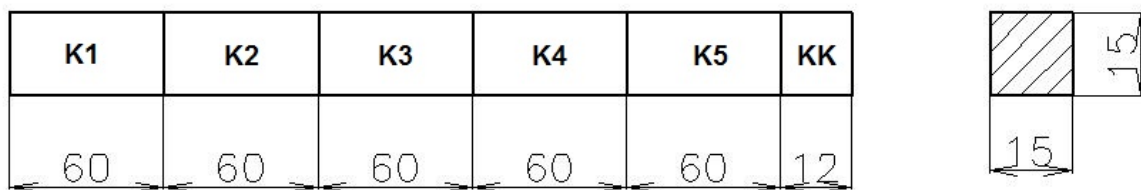
Obr. 2.9. Označení SLITINA 1



Obr. 2.10. Označení SLITINA 1 část Z



Obr. 2.11. Označení SLITINA 1 část P



Obr. 2.12. Označení SLITINA 1 část K

2.5. Experimentální protlačení vzorků bez tepelného zpracování nástrojem ECAP s vloženou šroubovicí

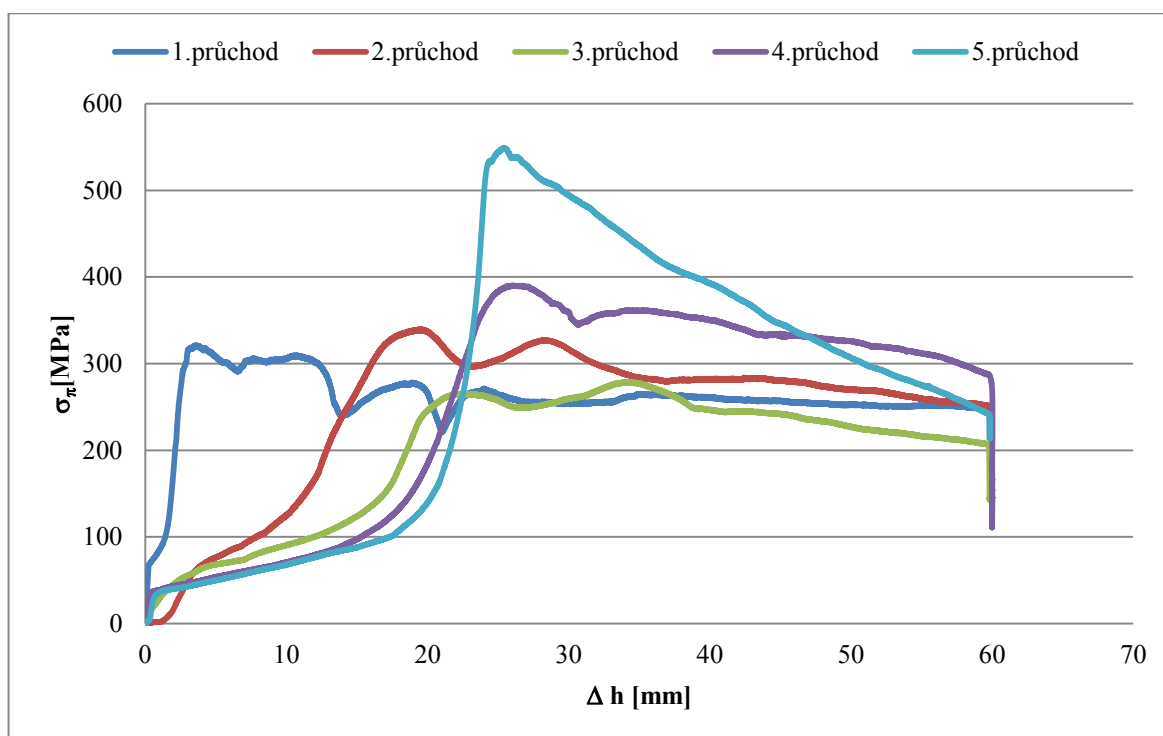
Samotné protlačování při teplotě 250 °C na vzorcích bez tepelného zpracování bylo velice problematické, a to z důvodu výskytu praskání vzorků. Na obr. 2.13. je znázorněn příklad vzorku, který se již protlačit nedá. Tento jev je připisován heterogenitě, kterou se hořčíková slitina AZ31 vyznačuje.



Obr. 2.13. Poškozený vzorek již po prvním průchodu

2.6. Křivky přetvárných odporů

Křivky přetvárných odporů se vytvářejí z dat, získaných při protlačování pomocí citlivého snímače. Data se pomocí kabelu přenášejí do notebooku, kde pomocí softwaru M-Test získáme textový soubor hodnot. Tyto hodnoty se transformují do tabulkového editoru Excel, z něhož lze získat graf závislosti přetvárného odporu (σ_p) na dráze pohybu nástroje (Δh). Rovněž ze získaných dat můžeme určit max. přetvárný odpor (σ_{pmax}), který je charakteristickou veličinou dosaženého zpevnění. V grafu 2.1. jsou znázorněny křivky přetvárných odporů po jednotlivých průchodech nástrojem ECAP při teplotě protlačování 230°C.



Graf 2.1. Křivky přetvárných odporů po jednotlivých průchodech.

U prvního průchodu je v grafu 2.1. patrný strmý nárůst přetvárného odporu až do jeho maxima. Pro ostatní průchody je náběh křivek pozvolnější a to je způsobeno tím, že k nejvýraznějšímu zpevnění materiálu dochází právně po prvním průchodu. Největšího přetvárného odporu bylo dosaženo po pátém průchodu a to hodnoty $\sigma_{pmax} = 549 \text{ MPa}$. Oproti prvnímu průchodu, kde byla dosažena hodnota $\sigma_{pmax} = 321 \text{ MPa}$ jsme získali navýšení přetvárného odporu o 71,03%. Hodnoty σ_{pmax} pro jednotlivé průchody jsou uvedeny v tab. 2.5.

Tab. 2.5. Hodnoty σ_{pmax} po jednotlivých průchodech

	1. průchod	2. průchod	3. průchod	4. průchod	5. průchod
σ_{pmax} [MPa]	321,05	339,95	279,22	390,21	549,09

2.7. Analýza vlivu počtu průchodu na tvrdost

Tvrdost je definována jako odpor zkoušeného materiálu, kladený vůči vniknutí cizího tělesa. Pro vyhodnocení tvrdosti vzorků byla použita metoda měření tvrdosti dle Vickerse. Princip zkoušky je znázorněn na obr. 2.14. Pro tuto metodu platí norma **ČSN EN ISO 6507 - 1 Část 1**: Kovové materiály - Zkouška tvrdosti podle Vickerse - Zkušební metoda.

Vickersova zkouška tvrdosti je založena na principu vniknutí tělesa – diamantový pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136° , který je do zkušební tělesa vtlačován zkušebním zatížením (F), působícím v kolmém směru určitou dobu. Po odlehčení se změří délka úhlopříček vtisku d_1 a d_2 . Po dosazení do vztahu (1) se vypočte výsledná tvrdost HV [21].

$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (1)$$

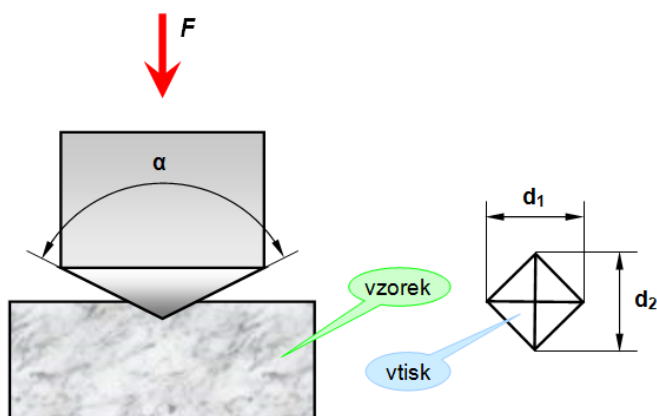
Kde:

HV – tvrdost podle Vickerse

F – zkušební zatížení; pro HV10: $F = 98,07 \text{ N}$

α – vrcholový úhel vnikacího tělesa (jehlanu); $\alpha = 136^\circ$

d – aritmetický průměr, vypočtený z délek úhlopříček d_1 a d_2 v [mm]

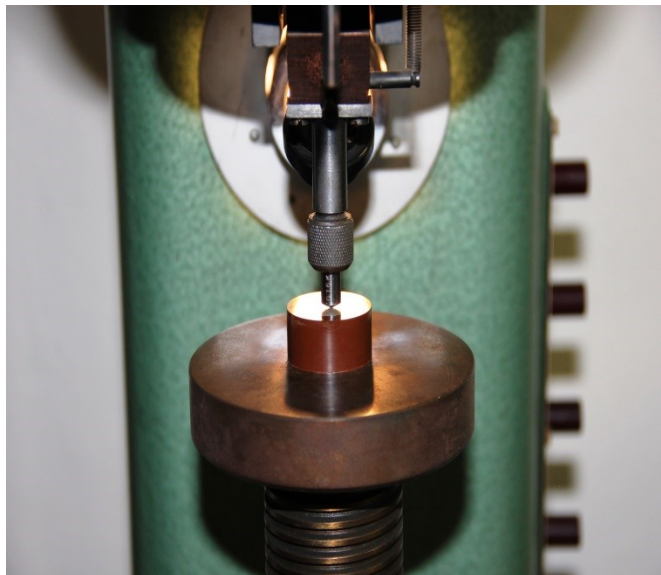


Obr. 2.14. Princip měření tvrdosti dle Vickerse [21].

Měření tvrdosti hořčíkové slitiny bylo provedeno metodou dle Vickerse HV10. Zkušební zatížení, jak již bylo uvedeno na předchozí straně, je tedy $F = 98,07 \text{ N}$. Doba zkušebního zatížení byla 20 s. Veškeré měření tvrdosti v této diplomové práci bylo provedeno na tvrdoměru HPO 300 (obr. 2.15.), při teplotě 21 °C. Provedl jsem celkem 5 vpichů (obr. 2.17.) na jednom vzorku a ze všech pěti hodnot jsem určil průměrnou hodnotu tvrdosti.



Obr. 2.15. Tvrdoměr HPO 300

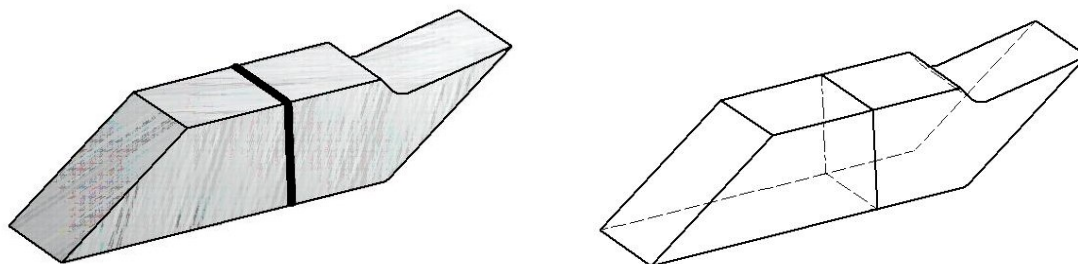


Obr. 2.16. Detail vpichu

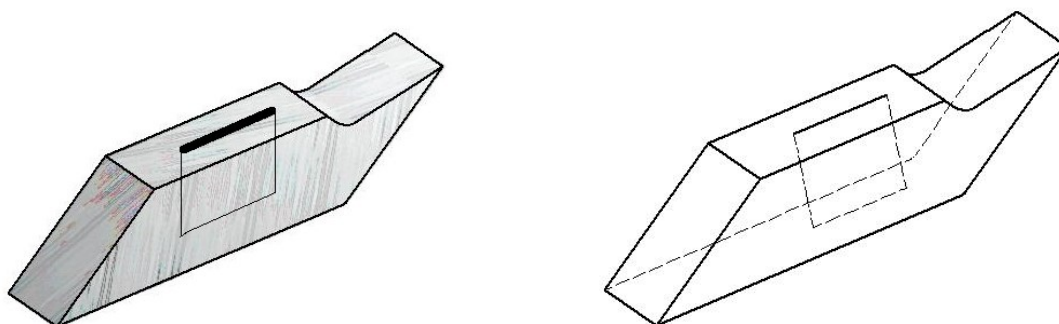


Obr. 2.17. Rozmístění vpichu na vzorku

Všechny vzorky, odebrané po jednotlivých protlačeních nástrojem ECAP jsou rozděleny do dvou skupin, podle místa odběru, ve kterém se pak provedlo měření tvrdosti. Pro odběr bylo zvoleno místo, co nejbližší středu vzorku ve dvou rovinách, a to v **příčném** směru (označení **R – rectangular**) – obr. 2.18., a v **podélném** směru (**P – parallel**) – obr. 2.19.

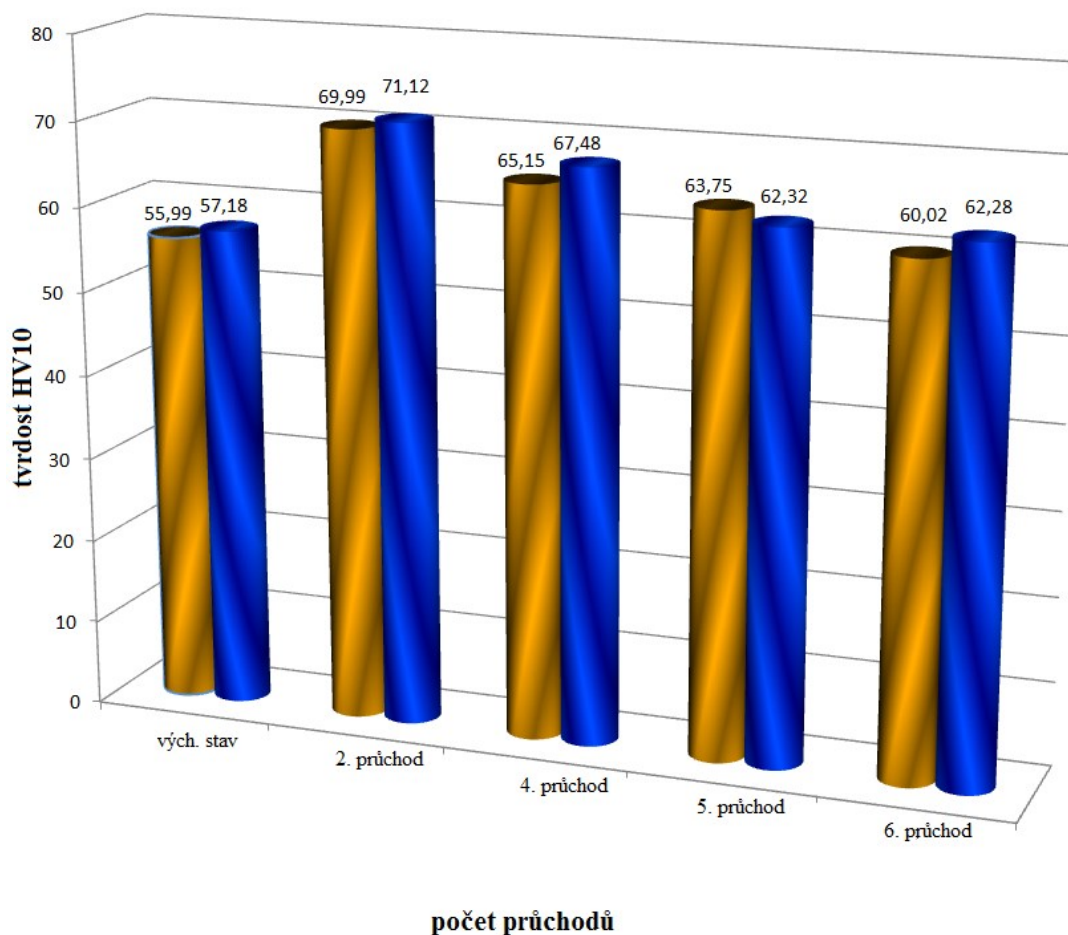


Obr. 2.18. Příčný směr - **R**



Obr. 2.19. Podélný směr - **P**

Měření tvrdosti dle Vickerse bylo provedeno na vzorcích po 2, 4, 5 a 6 průchodu nástrojem ECAP v podélném a příčném směru. Výsledky naměřených hodnot jsou zobrazeny v grafu 2.2.



Graf 2.2. Vývoj hodnoty tvrdosti po jednotlivých průchodech v podélném a příčném směru vzorku

Z grafu 2.2. lze vyčíst, že k největšímu nárůstu tvrdosti došlo hned po prvním průchodu nástrojem ECAP, kde tvrdost v podélném směru vzrostla o 25% na hodnotu a ve směru příčném vzrostla o 24,4%. Po prvním průchodu byla tedy tvrdost nejvyšší a s každým dalším průchodem došlo k poklesu v řádu jednotek HV.

Zajímavým parametrem je porovnání tvrdosti v podélném (P) a příčném (R) směru, kde u příčného směru je téměř vždy tvrdost vyšší, výjimku tvoří 5. průchod, tam tvrdost nepatrně klesla.

3. Protlačování nástrojem ECAP po různých režimech tepelného zpracování

Samotné protlačovací experimenty byly provedeny obdobně, jak je uvedeno v kap. 2. Vzorky tepelně zpracoval externí specialista p. Kocián. Na vzorky bylo aplikováno tepelné zpracování, označováno podle ASTM *T4 – rozpouštěcí žíhání*. Cílem je vytvořit pravidelné rozmístění legujících prvků ve struktuře hořčíkové slitiny AZ31. Většinou je zařazeno před umělým stárnutím, což je proces, při kterém dojde k ohřevu, následné prodlevě a ochlazení na vzduchu. Dalším předpokladem aplikace tepelného zpracování T4 je zlepšení mechanických vlastností (tvrdost, mez pevnosti).

Nejprve jsem provedl měření tvrdosti na vzorcích ve výchozím stavu, tepelně zpracovaných před protlačením nástrojem ECAP. Pak byly vzorky protlačeny a byly vygenerovány křivky přetvárných odporů po jednotlivých průchodech a následně se provedlo měření tvrdosti.

Postup tepelného zpracování T4 je následující:

předehřev 375 °C/3 hod + 415 °C/18 hod/ voda nebo vzduch

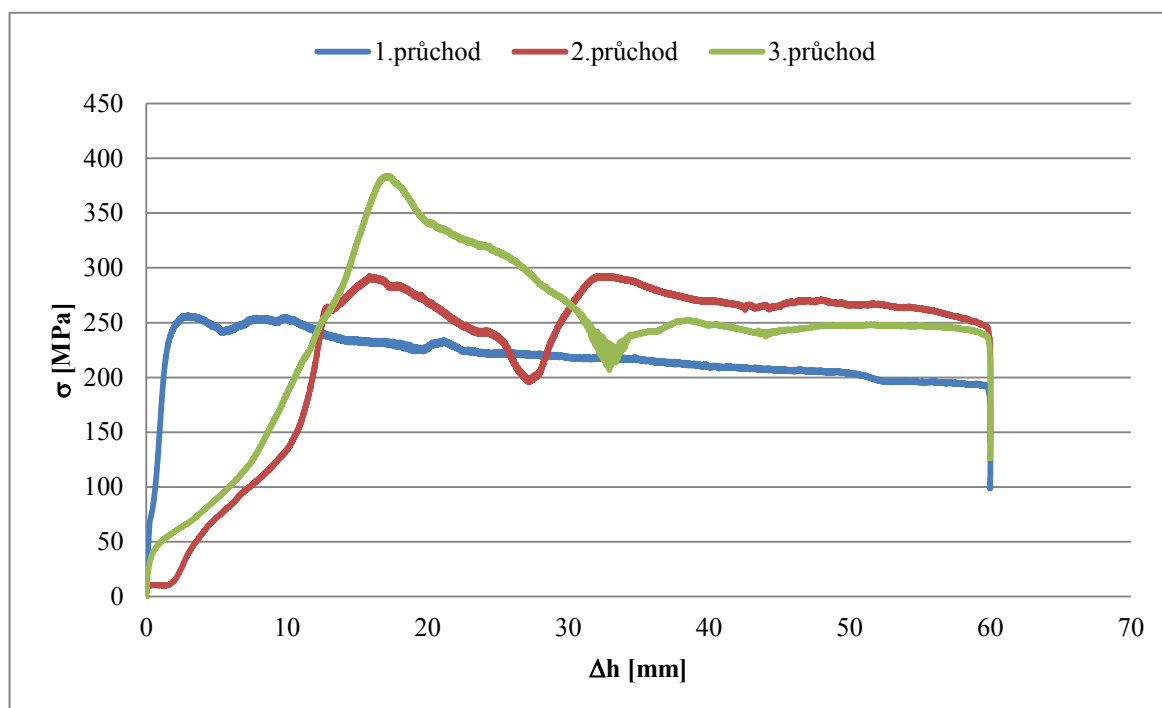
Rozpouštěcí žíhání spočívá v předehřevu vzorků na teplotu 375 °C, pak výdrž v délce 3 hodin na této teplotě. Následně se teplota zvýší na 415 °C, při které nastane prodleva v délce 18 hodin. Poté dojde k prudkému ochlazení ve vodě nebo k pozvolnému na vzduchu.

3.1. Protlačení nástrojem ECAP po tepelném zpracování T4 – voda

Jak již bylo popsáno na předchozí stránce, provedl jsem protlačení tepelně zpracovaných vzorků slitiny AZ31, na které bylo aplikováno rozpouštěcí žíhání (T4) a následném ochlazením ve vodě.

Před protlačení ECAPem jsem nejprve provedl analýzu tvrdosti výchozích stavů, tepelně zpracovaných vzorků ochlazených ve vodě. Bylo provedeno celkem 5 vpichů na jednom vzorku, označeným ZZ (str. 40), a z naměřených hodnot byl vypočten aritmetický průměr tvrdosti s hodnotou **52 HV10**.

Na grafu 3.1. jsou znázorněny křivky přetvárných odporů po jednotlivých průchodech vzorku s označením K3. Z nichž je patrné, že s každým následujícím průchodem dochází k neustálému zpevňování a v 3. průchodu je největší. Maxima přetvárných odporů, pro porovnání jsou uvedeny v tab. 3.1. Po prvním průchodu nedošlo k tak velkému zvýšení maximálního přetvárného odporu, jak u třetího průchodu. Přetvárný odpor po druhém průchodu vzrostl o 14,33 % a po třetím o 30,63 %.

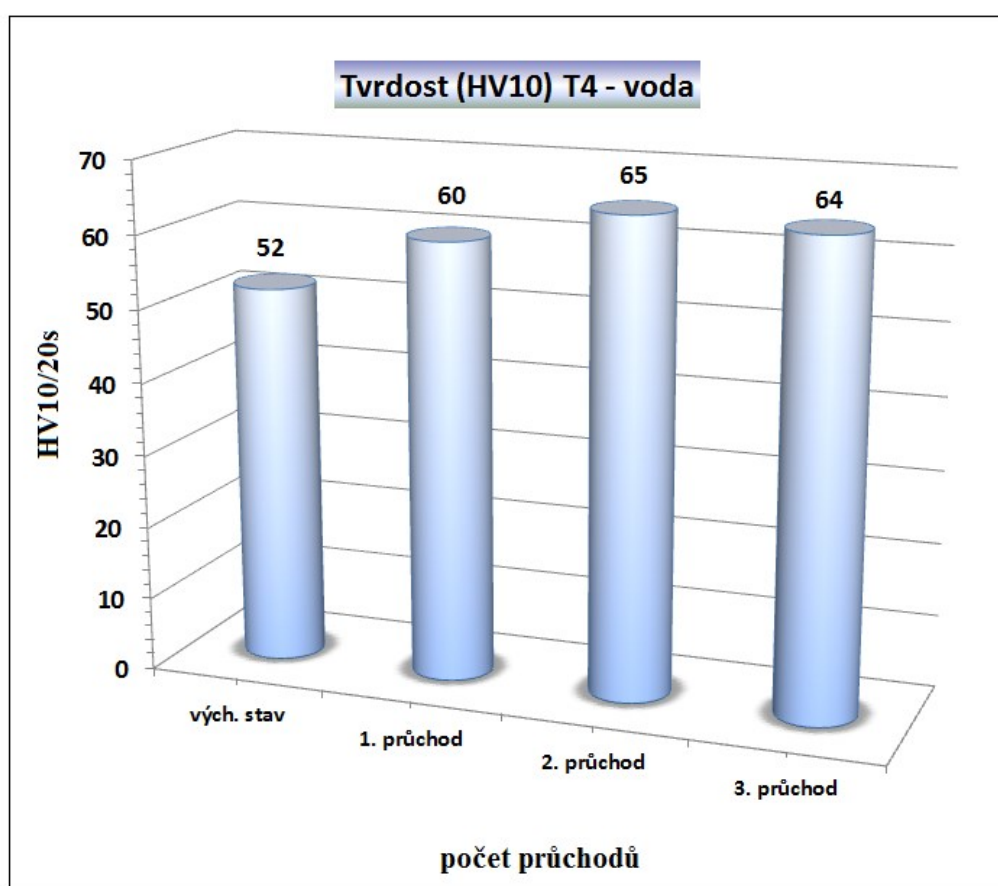


Graf 3.1. Křivky přetvárných odporů po jednotlivých průchodech T4 – voda

Tab. 3.1. Hodnoty σ_{pmax} po jednotlivých průchodech T4 – voda

	1. průchod	2. průchod	3. průchod
σ_{pmax} [MPa]	257,00	293,80	383,79

Stejně jak bylo provedeno měření tvrdosti u výchozího stavu po tepelném zpracování, rovněž jsem provedl měření tvrdosti i po jednotlivých průchodech nástrojem ECAP. Opět jsem provedl celkem 5 vpichů metodou HV 10. Výsledky naměřené tvrdosti jsou znázorněny v grafu 3.2. Z tohoto grafu je zřejmé, že největší nárůst tvrdosti je ihned po prvním průchodu, následně i po druhém, kde jsme dosáhli maxima 65 HV10. Po třetím průchodu došlo k mírnému poklesu tvrdosti na hodnotu 64 HV10.

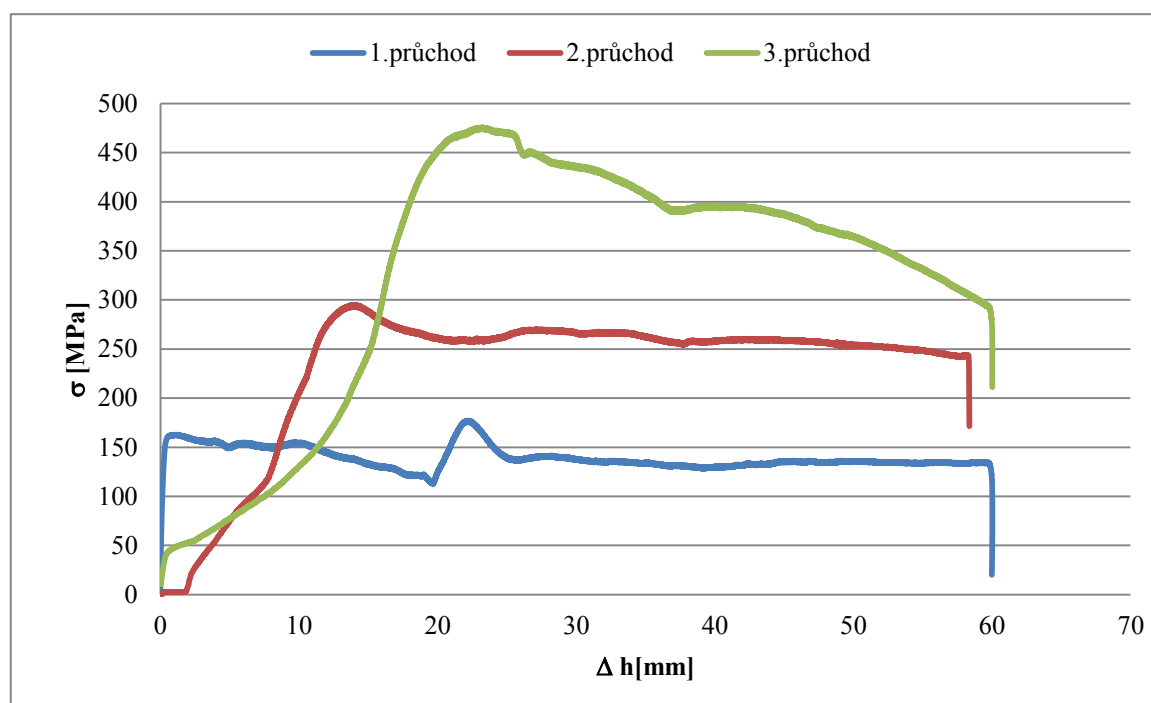


Graf 3.2. Vývoj tvrdosti po jednotlivých průchodech T4 – voda

3.2. Protlačení nástrojem ECAP po tepelném zpracování T4 – vzduch

Další experimentální protlačování jsem prováděl při režimu tepelného zpracování T4 a následném ochlazení na vzduchu. Stejně jak u tepelného zpracování, a následném ochlazení ve vodě jsem provedl měření tvrdosti výchozího stavu vzorku s označením ZZ (str. 40) také pro ochlazení na vzduchu, s výslednou průměrnou tvrdostí dosahující hodnoty **49 HV10**.

Výsledné křivky přetvárných odporů vzorku s označením K5 po jednotlivých průchodech jsou znázorněny v grafu 3.3. Porovnáním je patrné, že s každým následujícím průchodem dochází k neustálému zpevňování, stejně jak tomu bylo u tepelného zpracování s ochlazením ve vodě. Maxima přetvárných odporů, pro porovnání jsou uvedeny v tab. 3.2., odkud je patrné, že hodnoty dosahují vyšších hodnot, než u hodnot tepelného zpracování – voda. Po prvním průchodu má hodnota přetvárného odporu poměrně nízkou hodnotu, ale hned po druhém průchodu došlo k navýšení maximálního přetvárného odporu o 66,33 % a po třetím průchodu o 61,83%.

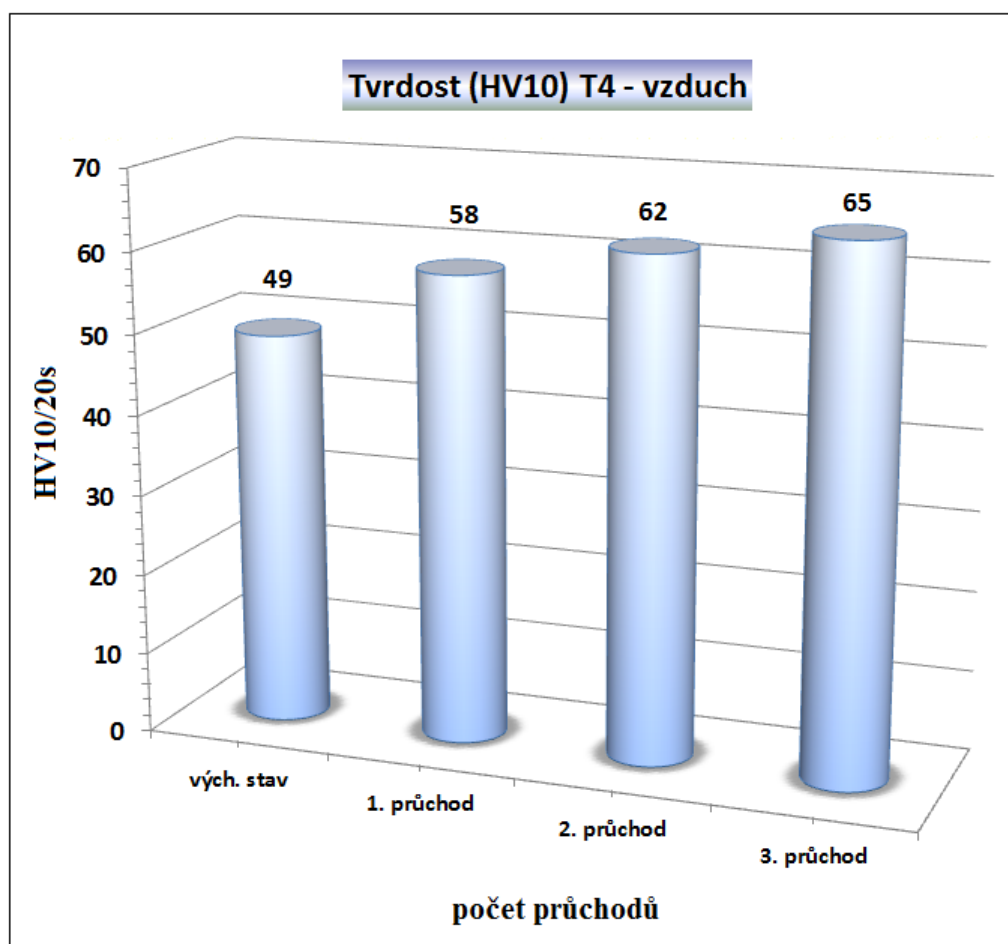


Graf 3.3. Křivky přetvárných odporů po jednotlivých průchodech T4 – vzduch

Tab. 3.2. Hodnoty σ_{pmax} po jednotlivých průchodech T4 – vzduch

	1. průchod	2. průchod	3. průchod
σ_{pmax} [MPa]	177,23	294,81	477,10

Měření po jednotlivých průchodech probíhalo obdobně, jak je popsáno v kapitole 3.1. Výsledky naměřené tvrdosti jsou znázorněny v grafu 3.4. Po prvním průchodu došlo k nejvyššímu růstu tvrdosti z hodnoty 49 HV10 na 58 HV10. Maximální hodnoty tvrdosti 65 HV10 jsme dosáhli po 3. průchodu nástrojem ECAP.



Graf 3.4. Vývoj tvrdosti po jednotlivých průchodech T4 – vzduch

3.3. Porovnání naměřených hodnot tvrdostí a maxim přetvárných odporů

Pro shrnutí dosažených výsledku jsem vytvořil přehlednou tabulku (tab. 3.3.), v níž jsem znázornil rozdíly mezi jednotlivými druhy tepelného zpracování jak tepelně zpracovaných výchozích stavů, tak i stavů po jednotlivých protlačeních nástrojem ECAP.

Z naměřených výsledku je zřejmé, že vyšší tvrdostí dosáhneme při aplikaci tepelného zpracování T4 s ochlazením ve vodě, což ale může mít za následek vznik trhlin a sklon ke křehnutí.

Tab. 3.3. Porovnání tvrdostí HV10

	Po tepelném zpracování	Tvrdost po 1. průchodu [HV10]	Tvrdost po 2. průchodu [HV10]	Tvrdost po 3. průchodu [HV10]
T4 – chlazeno ve vodě	52	60	65	64
T4 – chlazeno na vzduchu	49	58	62	65

V tab. 3.4. jsem navíc uvedl porovnání hodnot maxim přetvárných odporů. Můžeme si povšimnout, že po druhém průchodu jsou hodnoty téměř totožné a po následujícím průchodu nastane velký nárůst u tepelného zpracování s ochlazením na vzduchu a to na hodnotu $\sigma_{pmax} = 477,10$ MPa.

Tab. 3.4. Porovnání maxim přetvárných odporů σ_{pmax}

	σ_{pmax} po 1. průchodu [MPa]	σ_{pmax} po 2. průchodu [MPa]	σ_{pmax} po 3. průchodu [MPa]
T4 – chlazeno ve vodě	257,00	293,80	383,79
T4 – chlazeno na vzduchu	177,23	294,81	477,10

4. Metalografické vyhodnocení vzorků

K metalografické analýze vzorků ve výchozím stavu a vzorků po jednotlivých protlačeních nástrojem ECAP včetně tepelného zpracování se použily vzorky připravené pro měření tvrdosti.

K přípravě vzorků byly použity tato zařízení:

- Struers Labopress 1 – lis na vzorky
- Struers Epovac – vakuovací stroj
- Kotoučové brusky *Metasinx*
- Struers Lectropol – Elektromechanické leštění

Vzorky byly zalisovány do bakelitu a dále se provedlo broušení za mokra na laboratorních kotoučových bruskách *Metasinx* za použití brusných papírů na bázi SiC o drsnostech 600, 800, 1200 a 1500. Při přechodu na vyšší zrnitost brusných papírů se vzorky pootočily o 90 °, aby bylo zajištěno rovnoměrné obroušení povrchu.

Dalším krokem přípravy bylo leštění na jemném zeleném suknu, které bylo vlhčeno suspenzí na bázi Al_2O_3 . Během leštění bylo pohybováno vzorkem proti směru otáčení leštícího kotouče, aby se zajistilo co nejúčinnější doleštění zkoumané plochy. Po dokončení leštění se provedl důkladný oplach vzorků proudem vody, následně alkoholem a nakonec se provedlo sušení horkým vzduchem.

K leptání zředěného, 3 % roztoku Nitalu se čas ponoření pohyboval od 5 do 10 sekund. Po vytažení vzorku z roztoku se provedl důkladný oplach a následovalo sušení horkým vzduchem.

Mikrostruktury takto připravených vzorků byly pozorovány na optickém mikroskopu NEOPHOT 2.

Mikrostruktura hořčíkových slitin je tvořena tuhým roztokem hliníku v hořčíku a případně intermediálními fázemi, vyskytujícími se v kompaktní formě nebo jako součást segregčního eutektika (zejména s fází $Mg_{17}Al_{12}$). Rozpustnost hliníku v hořčíku se uvádí v rozmezí 12,1 – 12,7 hm. % při eutektické teplotě 436 °C. Poměrně široký interval krystalizace vyvolává často rozsáhlou dendritickou segregaci a lokální výskyt intermetalických fází a nerovnoměrné rozdělení hliníku po průřezu. Tato nežádoucí heterogenita struktury, související se selektivitou tuhnutí, která je příčinou zhoršených vlastností tohoto typu hořčíkových slitin, může být částečně nebo úplně eliminována vhodným tepelným zpracováním, v našem případě T4. V příloze č.1 je uvedena mikrostruktura výchozího stavu slitiny AZ31 bez tepelného zpracování.

Z obrázků struktur v přílohách byla zjištěna absence minoritních fází, zejména po ochlazení ve vodě (příloha č. 2). Při ochlazení na vzduchu (příloha č. 3) proběhla reprecipitace v objemu zrna rovněž v minimálním rozsahu a byla lokalizována místy na hranici zrn. Současně zřejmě docházelo k určitému vyrovnání chemické heterogenity uvnitř zrn. Bylo zjištěno určité obohacení mezidětrických oblastí hliníkem, projevující se zvýšenou leptatelností a pouze minimální přítomností jemného precipitátu.

V přílohách č. 4 – 6 jsou uvedeny mikrostruktury tepelně zpracovaných vzorku T4 – ochlazených ve vodě, po jednotlivých protlačeních nástrojem ECAP. Je patrné, že kromě výrazného zjemnění zrna po jednotlivých průchodech nedochází k jinému metalurgickému jevu. Po prvním průchodu dojde k největšímu zjemnění zrna.

Mikrostruktury vzorků tepelně zpracovaných T4 – ochlazených na vzduchu jsou uvedeny v přílohách č. 7 – 9. Výsledky zjemnění zrna jsou téměř totožné, jak tomu bylo u T4 – ochlazeného ve vodě.

Závěrem lze konstatovat, že není prokázán podstatný rozdíl vlivu tepelného zpracování T4 s ochlazením ve vodě nebo na vzduchu na mikrostrukturu hořčíkové slitiny. Průměrná velikost zrna byla rovněž totožná po jednotlivých průchodech.

5. Celkové vyhodnocení výsledků

Bylo provedeno experimentální protlačení hořčíkové slitiny AZ 31 nástrojem ECAP s vloženou šroubovicí v horizontálním kanále, se stoupáním 10° na hydraulickém lise DP 1600 kN. Problém nastal při protlačování slitiny ve výchozím stavu bez tepelného zpracování, kde docházelo vlivem střižných rovin k tvorbě trhlin a následnému praskání vzorků. Příčina vzniku tohoto jevu má bezpochybně původ ve velké heterogenitě dodané slitiny, zejména se jedná o procentuální podíl přísady hliníku. Z tohoto důvodu pro znázornění vlivu nástroje ECAP na zpevnění bez tepelného zpracování byla použita předešlá tyč Ø50 mm slitiny AZ 31. Tato slitina má minimálně odlišné procentuální chemické složení (zejména hliníku), a díky tomu bylo reálné vícenásobné protlačení. Největšího přetvárného odporu bylo dosaženo po pátém průchodu a to hodnoty $\sigma_{pmax} = 549$ MPa. Oproti prvnímu průchodu, kde byla dosažena hodnota $\sigma_{pmax} = 321$ MPa došlo k navýšení přetvárného odporu o 71,03%. Výsledkem je, že s rostoucím počtem průchodů nástrojem ECAP dochází k značnému zpevňování.

Měřením tvrdosti po jednotlivých průchodech nástrojem ECAP v podélném směru (P) a příčném směru (R) podle Vickersovy zkoušky tvrdosti HV10 jsem došel k závěru, že k největšímu nárůstu tvrdosti došlo hned po prvním průchodu nástrojem ECAP, kde tvrdost v podélném směru vzrostla o 25% a ve směru příčném vzrostla o 24,4%. Po prvním průchodu byla tedy tvrdost nejvyšší a s každým dalším průchodem došlo k poklesu v řádu jednotek HV. Zajímavým parametrem je porovnání tvrdosti v podélném (P) a příčném (R) směru, kde u příčného směru je téměř vždy tvrdost vyšší, výjimku tvoří 5. průchod, tam tvrdost nepatrně klesla. Tvrdost byla měřena i na vzorcích ve výchozím stavu, kde hodnota tvrdosti v podélném směru byla 56 HV10 a ve směru příčném 57 HV10.

Další protlačovací experimenty nástrojem ECAP byly provedeny na tepelně zpracovaných vzorcích – T4 ochlazených ve vodě nebo na vzduchu. Na těchto vzorcích již bylo protlačení bezproblémové. Výslednou hodnotu zpevnění udává křivka přetvárného odporu, z níž lze vyčíst maximální hodnota přetvárného odporu. Porovnání maximálních přetvárných odporů je uvedeno v tab. 5.1. Můžeme si povšimnout, že po druhém průchodu jsou hodnoty téměř totožné a po následujícím průchodu nastane velký nárůst u tepelného zpracování s ochlazením na vzduchu a to na hodnotu $\sigma_{pmax} = 477,10$ MPa.

Tab. 5.1. Porovnání maxim přetvárných odporů σ_{pmax}

	σ_{pmax} po 1. průchodu [MPa]	σ_{pmax} po 2. průchodu [MPa]	σ_{pmax} po 3. průchodu [MPa]
T4 – chlazené ve vodě	257,00	293,80	383,79
T4 – chlazené na vzduchu	177,23	294,81	477,10

Rovněž na vzorcích po tepelném zpracování T4 s ochlazením ve vodě nebo na vzduchu jsem provedl měření tvrdosti podle Vickerse a také po jednotlivých průchodech nástrojem ECAP. Porovnání naměřených hodnot tvrdostí HV10 je uvedeno v tab. 5.2.

Tab. 5.2. Porovnání tvrdostí HV10

	Po tepelném zpracování	Tvrdost po 1. průchodu [HV10]	Tvrdost po 2. průchodu [HV10]	Tvrdost po 3. průchodu [HV10]
T4 – chlazené ve vodě	52	60	65	64
T4 – chlazené na vzduchu	49	58	62	65

Metalografickým rozbořem bylo zjištěno, že není prokázán rozdíl tepelného zpracování T4 s ochlazením ve vodě nebo na vzduchu na mikrostrukturu hořčíkové slitiny. Průměrná velikost zrna byla rovněž totožná po jednotlivých průchodech.

Závěr

V teoretické části diplomové práce jsem podrobně charakterizoval současný stav vývoje zjemňování zrn pomocí vícenásobné plastické deformace (SPD). Zaměřil jsem se obzvlášť na hořčíkovou slitinu AZ31, kterou se zabývá experimentální část mé práce, specializovaná na proces ECAP s vloženou šroubovicí v horizontálním kanále s úhlem stoupání $\gamma = 10^\circ$.

Cílem diplomové práce bylo analyzovat vliv nástroje ECAP s vloženou šroubovicí v horizontálním kanále na zpevnění slitiny AZ 31. Vliv počtu průchodu nástrojem ECAP na zjemnění zrn byl pozitivně prokázán. Následně bylo provedeno měření tvrdosti v podélném a příčném směru vzorku. V další části jsem provedl analýzu vlivu tepelného zpracování (T4 – rozpouštěcí žíhání) na dosažené zpevnění po jednotlivých průchodech ECAPem, rovněž s kladným hodnocením.

U metalografického vyhodnocení vzorků byla prokázána funkčnost nástroje ECAP s vloženou šroubovicí v horizontálním kanále na zjemnění zrna hořčíkové slitiny AZ 31. Z obrázků mikrostruktur, uvedených v přílohách je dobře znatelné zjemnění zrn po jednotlivých průchodech s uvedením střední hodnoty velikostí zrn dle ČSN EN ISO 643.

Z výsledků lze konstatovat, že aplikované tepelné zpracování má velice příznivý vliv na homogenizaci hořčíkové slitiny AZ 31, což se zejména projevilo minimálním počtem vzorků, které vykazovaly destrukci hned po prvním průchodu nástrojem (viz obr. 2.13.). Získané data jsou výborným předpokladem k dalšímu prohlubování znalostí v tomto směru. Tímto byly vytvořeny velmi dobré předpoklady k ověřování mechanických vlastností, jimiž jsou mez pevnosti a tažnost. Další výzkum by se měl zaměřit na studii již zmíněných mechanických vlastností, pomocí tahové zkoušky krátkých vzorků nebo pomocí poměrně nové nekonvenční penetrační zkoušky, již se zabývala má bakalářská práce. V současné době se výzkum ubírá k hořčíkové slitině WE 43, což je slitina, která má daleko homogeničtější strukturu, na které by mohlo tepelné zpracování vykazat větší rozdíly zpevnění i tvrdosti.

Poděkování

Závěrem bych chtěl poděkovat vedoucímu mé diplomové práce panu prof. Ing. Stanislavu Ruzzovi, CSc. za cenné připomínky, panu Ing. Michalovi Salajkovi a panu Ing. Stanislavu Tylšarovi za jejich vstřícnost a ochotu při řešení celé problematiky. Konzultace byly zároveň provedeny na katedře materiálového inženýrství (636, FMMI).

Seznam použité literatury

- [1] CHEN, Q., SHU, D., HU, CH., ZHAO, Z., YUAN, B. Grain refinement in an as – cast AZ – 61 magnesium alloy processed by multi – axial forming under the multitemperature processing procedure, *Materials Science and Engineering A*, 541 (2012), p. 98 – 104.
- [2] ESTRIN, Y. and VINOGRADOV, A. Fatigue behaviour of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview, *International Journal of Fatigue*, 32 (2010), p. 898–907
- [3] XU, CH., XIA, K., LANGDON, G. T. Processing of a magnesium alloy by equal-channel angular pressing using a back-pressure, *Materials Science and Engineering A*, 527 (2009), p. 205 – 211.
- [4] DJAVANROODI, F., EBRAHIMI, M. Effect of die channel angle, friction and back pressure in the equal channel angular pressing using 3D finite element simulation, *Materials Science and Engineering A*, 527 (2010), p. 1230 – 1235.
- [5] Obr. 1.3. [cit. 12. února 2013]. Dostupný z WWW:
<<http://www.ipam.ugatu.ac.ru/spd.html>>
- [6] EDALATI, K., YAMAMOTO, A., HORITA, Z., ISHIHARA, T. High-pressure torsion of pure magnesium: Evolution of mechanical properties, microstructures and hydrogen storage capacity with equivalent strain, *Scripta Materialia*, 64 (2011), p. 355 – 358.
- [7] SRINIVASAN R., CHAUDHUR P. K., CHERUKURI B., HAN Q., SWENSON D., Gros P. Continuous Severe Plastic Deformation Processing of Aluminum Alloys, *Final Technical Report*, DOE Award Number: DE-FC36-01ID14022, 2006, p. 1 – 68.

Seznam použité literatury

- [8] FUNAMI, K., NODA, M. Grain Refinement of Magnesium Alloy by Multiaxial Alternative Forming and Hydrogenation Treatment, *Magnesium Alloys – Design, Processing and Properties*, 526 (2011), p. 245 – 265. ISBN 978-953-307-520-4.
Dostupné z WWW:
<http://cdn.intechopen.com/pdfs/12747/InTechGrain_refinement_of_magnesium_alloy_by_multiaxial_alternative_forging_and_hydrogenation_treatment.pdf>
- [9] TAO, J., CHENG, Y., HUANG, S., PENG, F., YANG, W., LU, M., ZHANG, Z., JIN, X. Microstructural evolution and mechanical properties of ZK60 magnesium alloy prepared by multi-axial forging during partial remelting, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22 (2012), p. 428 – 434.
- [10] CHEN, J. Y., WANG, D. Q., ROVEN, J. H., KARLSEN, M., YU, P. M., LIU, P. M., HJELLEN, J. Microstructure evolution in magnesium alloy AZ 31 during cyclic extrusion compression, *Journal of Alloy and Compounds*, 462 (2008), p. 192 – 200.
- [11] ZHANG, M., ZHANG, W., ZHANG, D. Production of Mg-Al-Zn magnesium alloy sheets with ultrafine-grain microstructure by accumulative roll-bonding, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 21 (2011), p. 991 – 997.
- [12] KOCICH, R., MACHÁČKOVÁ, A., FOJTÍK, F. Comparison of strain and stress conditions in conventional and ARB rolling processes, *International Journal of Mechanical Sciences*, 64 (2012), p. 56 – 61.
- [13] CHARIT, I., MISHRA, S. R. Low temperature superplasticity in a friction-stir-processed ultrafine grained AL-Zn-Mg-Sc alloy, *Acta Materialia*, 53 (2005), p. 4211 – 4223.
- [14] VENKATESWARLU, G., DAVIDSON, J. M., TAGORE, N. R. G. Modelling studies of sheet metal formability of friction stir processed Mg AZ31B alloy under stretch forming, *Materials and Design*, 40 (2012), p. 1 – 6.

Seznam použité literatury

- [15] FATEMI-VARZANEH, S. M., ZAREI-HANZAKI, A. Processing of AZ31 magnesium alloy by a new noble severe plastic deformation method, *Materials Science and Engineering A*, 528 (2011), p. 1334 – 1339.
- [16] ESTRIN, Y., VINOGRADOV, A. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science, *Acta Materialia*, 61 (2013), p. 782 – 817.
- [17] LATYPO, I. M., ALEXANDROV, V. I., BEYGELZIMER, E. Y., LEE, S., KIM, S. H. Finite element analysis of plastic deformation in twist extrusion, *Computational Materials Science*, 60 (2012), p. 194 – 200.
- [18] FASSANI, Z. F., KETABCHI, M. Nano grained AZ31 alloy achieved by equal channel angular rolling proces, *Materials Science and Engineering A*, 528 (2011), p. 6426 – 6431.
- [20] RUSZ, S.; et al. Enhancement of efficiency of SPD process by application of new geometry of ECAP tool. *Acta Metallurgica Slovaca*, 2010, vol. 16, no. 4, p. 229 – 236. ISSN 1338 – 1156.
- [21] MOLLIKOVÁ, E.: Zkoušení materiálů a výrobků – interaktivní výukový materiál, učební text VUT FSI, 2005

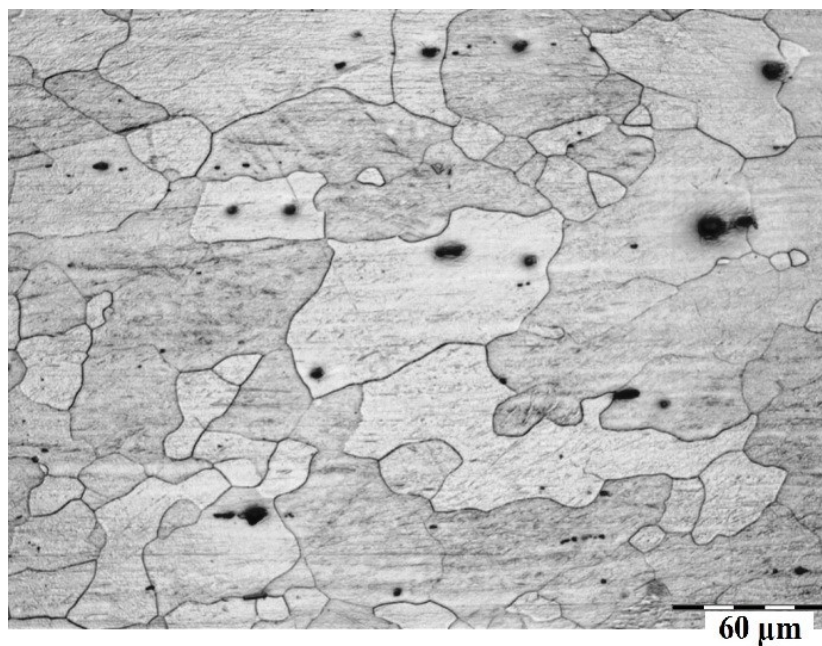
Seznam příloh

- Příloha č. 1 Struktura výchozího stavu bez tepelného zpracování.
- Příloha č. 2 Struktura výchozího stavu T4 – ochlazení ve vodě.
- Příloha č. 3 Struktura výchozího stavu T4 – ochlazení na vzduchu.
- Příloha č. 4 Struktura T4 – ochlazení ve vodě; po 1. průchodu ECAP.
- Příloha č. 5 Struktura T4 – ochlazení ve vodě; po 2. průchodu ECAP.
- Příloha č. 6 Struktura T4 – ochlazení ve vodě; po 3. průchodu ECAP.
- Příloha č. 7 Struktura T4 – ochlazení na vzduchu; po 1. průchodu ECAP.
- Příloha č. 8 Struktura T4 – ochlazení na vzduchu; po 2. průchodu ECAP.
- Příloha č. 9 Struktura T4 – ochlazení na vzduchu; po 3. průchodu ECAP.
- Příloha č. 10 Médium s diplomovou prací na nosiči CD.

Přílohy

Příloha č. 1 Struktura výchozího stavu bez tepelného zpracování.

zvětšeno 200x, střední velikost zrna dle ČSN EN ISO 643: G8 (27 μm)



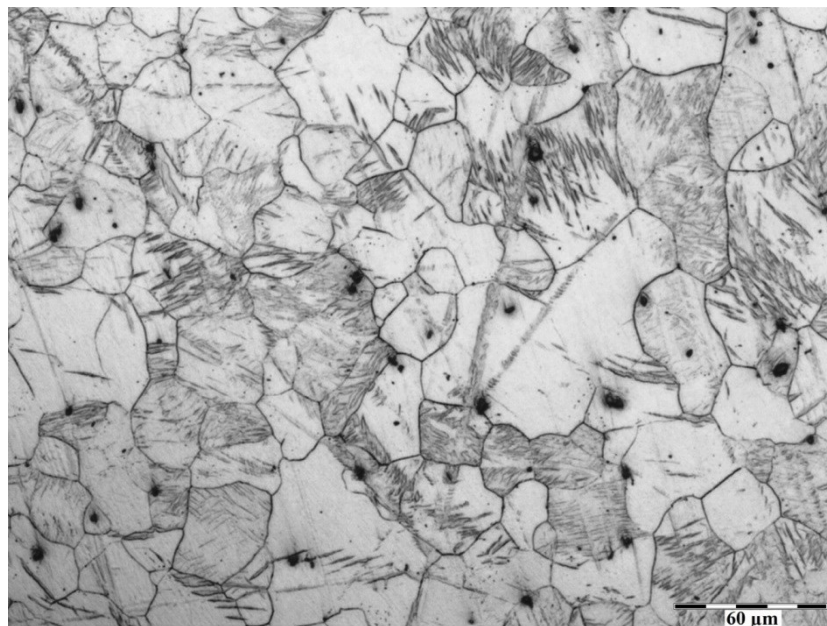
Příloha č. 2 Struktura výchozího stavu T4 – ochlazení ve vodě.

zvětšeno 200x, střední velikost zrna dle ČSN EN ISO 643: G7 – 8 (23,3 μm)



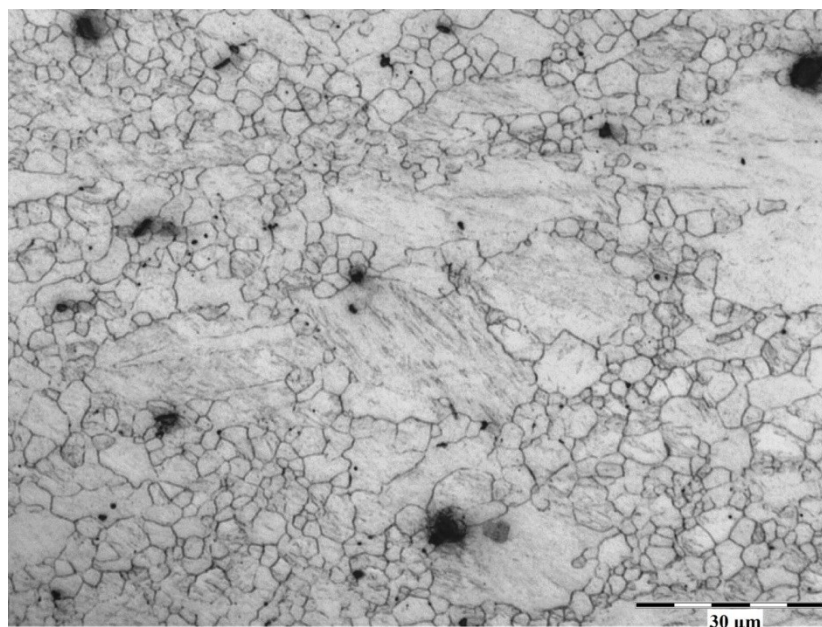
Příloha č. 3 Struktura výchozího stavu T4 – ochlazení na vzduchu.

zvětšeno 200x, střední velikost zrna dle ČSN EN ISO 643: G7 – 8 (23,6 μm)



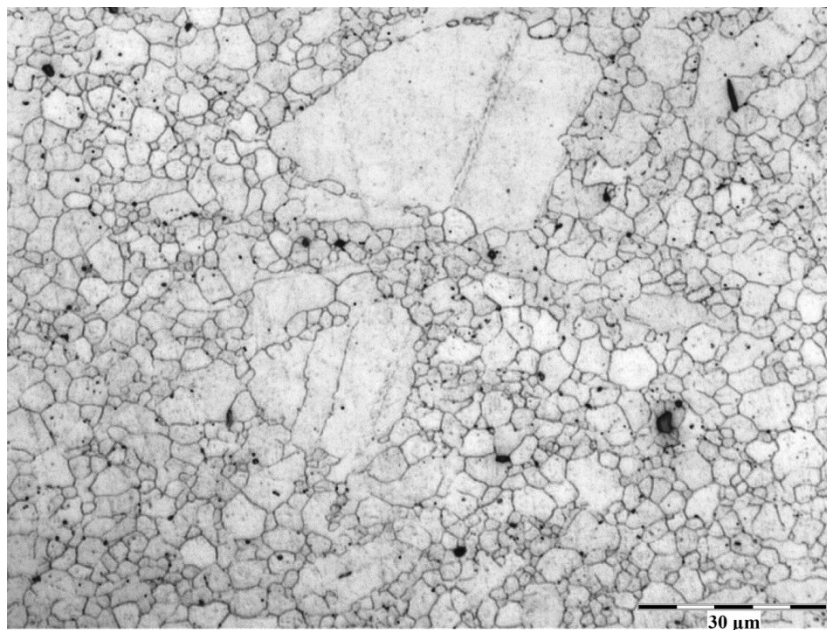
Příloha č. 4 Struktura T4 – ochlazení ve vodě; po 1. průchodu ECAP.

zvětšeno 500x, střední velikost zrna dle ČSN EN ISO 643: G12 (5,7 μm)



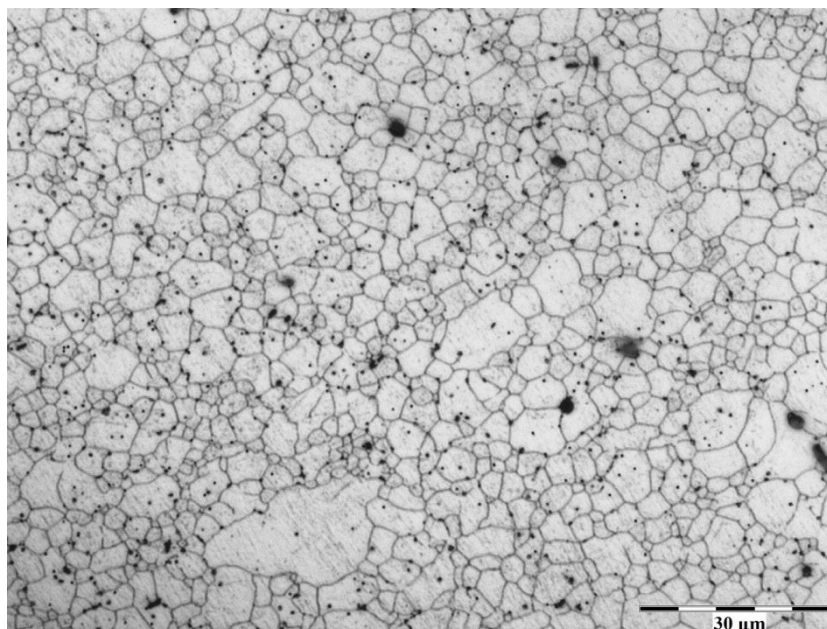
Příloha č. 5 Struktura T4 – ochlazení ve vodě; po 2. průchodu ECAP.

zvětšeno 500x, střední velikost zrna dle ČSN EN ISO 643: G13 (4 μm)



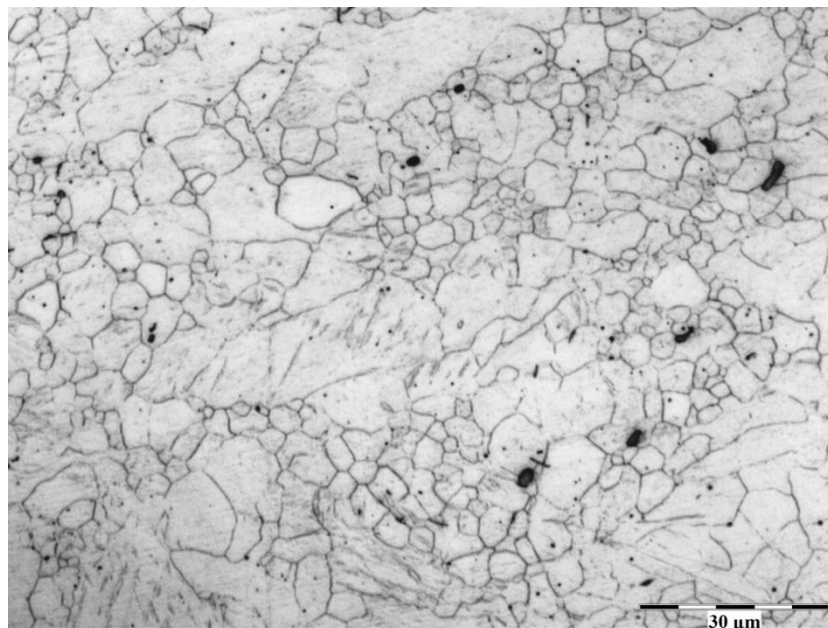
Příloha č. 6 Struktura T4 – ochlazení ve vodě; po 3. průchodu ECAP.

zvětšeno 500x, střední velikost zrna dle ČSN EN ISO 643: G13 (3,5 μm)



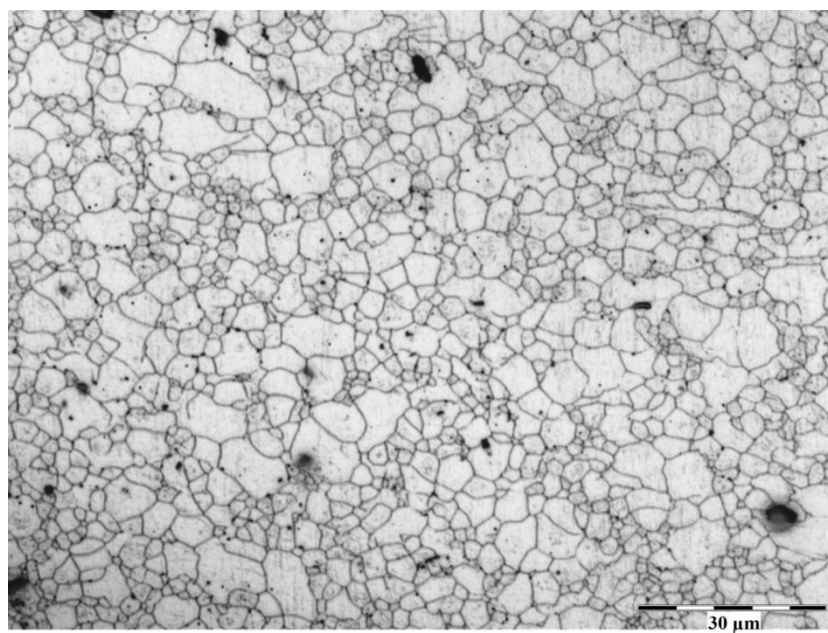
Příloha č. 7 Struktura T4 – ochlazení na vzduchu; po 1. průchodu ECAP.

zvětšeno 500x, střední velikost zrna dle ČSN EN ISO 643: G11 (6,9 μm)



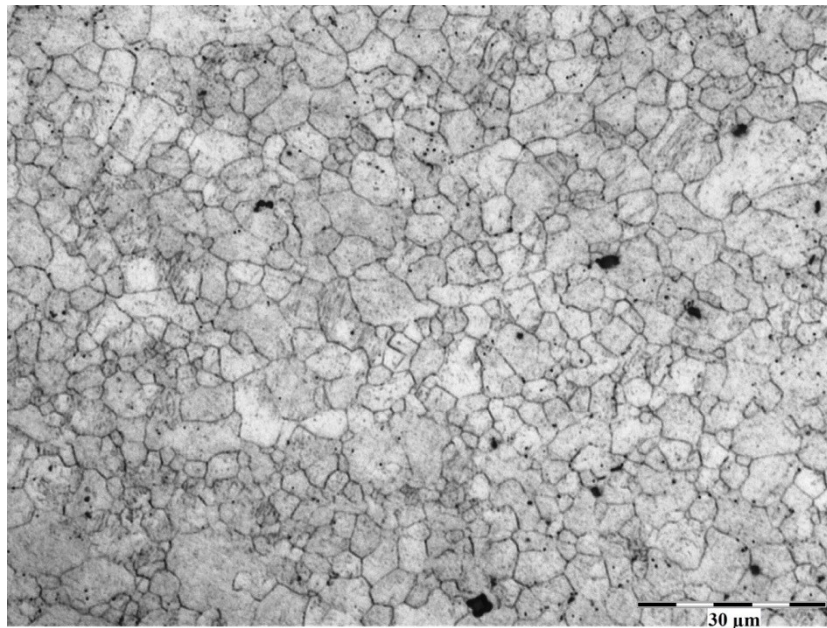
Příloha č. 8 Struktura T4 – ochlazení na vzduchu; po 2. průchodu ECAP.

zvětšeno 500x, střední velikost zrna dle ČSN EN ISO 643: G13 (3,7 μm)



Příloha č. 9 Struktura T4 – ochlazení na vzduchu; po 3. průchodu ECAP.

zvětšeno 500x, střední velikost zrna dle ČSN EN ISO 643: G12 – 13 (4,5 μm)



Příloha č.10 Médium s diplomovou prací na nosiči CD.